

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

DIPLOMSKI RAD

Ivan Kumić

Zagreb, 2009.

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

DIPLOMSKI RAD

**Voditelj rada:
Doc.dr.sc. Krešimir Grilec**

Ivan Kumić

Zagreb, 2009.

Izjava

Izjavljujem da sam ovaj diplomski rad izradio samostalno, oslanjajući se na navedenu literaturu i znanje stečeno tijekom studija.

Posebnu vrijednost imala je nesebična pomoć, vodstvo i savjeti koje mi je pružio mentor doc.dr.sc. Krešimir Grilec. Jednako tako, bez strpljenja prof.dr.sc. Lidije Ćurković ovaj rad ne bi bio jednako temeljit.

Student

Ivan Kumić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomске ispite
Povjerenstvo za završne i diplomске ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **IVAN KUMIĆ**

Mat. br.: 0035146144

Naslov: **OTPORNOST NA EROZIJU ČESTICAMA ALUMINIJ OKSIDNE I
ALUMINIJ NITRIDNE KERAMIKE**

Opis zadatka:

Tribološka primjena tehničke keramike je jedno od područja koje je u stalnom komercijalnom porastu. Unatoč porastu potražnje za ovim materijalima, jako malo se zna o osnovnim mehanizmima trošenja keramike. Aluminijski oksid (Al_2O_3) je najvažniji materijal iz grupe oksidne keramike. Zbog vrlo povoljnog omjera cijene i kvalitete te univerzalnih svojstava ovaj je materijal najrašireniji u primjeni. U neoksidnoj keramici radi se pretežno o karbidima, nitridima i oksinitridima. Za izvanredne kombinacije svojstava zaslužni su visoki udjeli kovalentnih veza u karbidnim i nitridnim kristalnim strukturama, dok nasuprot tome oksidne kristalne strukture imaju visoki udio ionskih veza. Aluminijski nitrid (AlN) je značajni predstavnik neoksidne keramike i primjenjuje se u elektronici te za rashladna tijela.

U ovom radu je potrebno:

- 1) Opisati mehanizam erozije česticama i način ispitivanja otpornosti na erozijsko trošenje
- 2) Navesti svojstva i primjenu aluminijskog oksida i aluminijskog nitrida
- 3) Odrediti otpornost na erozijsko trošenje uzoraka aluminijskog nitrida u ovisnosti o kutu upada čestica te ih usporediti s rezultatima ispitivanja otpornosti na trošenje aluminijskog oksida
- 4) Provesti prateća ispitivanja
- 5) Analizirati rezultate i dati zaključak

Zadatak zadan:

07. svibnja 2009.

Zadatak zadao:

K. Grilec

Doc.dr.sc. Krešimir Grilec

Rok predaje rada:

Svibanj 2010.

Predsjednik Povjerenstva:

F. Cajner

Prof. dr. sc. Franjo Cajner

SAŽETAK

U ovom diplomskom radu, uvodno su okarakterizirane dvije vrste ispitivanih keramika; aluminij oksidna (kao najvažniji materijal iz grupe oksidne keramike), te aluminij nitridna (kao značajan predstavnik grupe neoksidne keramike).

Navedeni su keramički materijali podvrgnuti ispitivanju erozijske otpornosti pri različitim kutovima upada čestica erodenata. Pojedinačno je istim postupkom sagledan i utjecaj vrste erodenta; ispitivanje je provedeno sa silicij oksidnim (kvarcnim), te silicij karbidnim pijeskom.

Dobiveni su rezultati potvrdili ranije pretpostavljeno ponašanje ispitivanih vrsta keramičkih materijala, ali su ujedno, u kombinaciji s pratećim ispitivanjima, dali naslutiti pravilnosti u nekim neočekivanim pojavama. Temeljem nalaza pratećih ispitivanja; snimaka topografije i hrapavosti površina ispitivanih uzoraka, te snimaka dobivenih pretražnim elektronskim mikroskopom, otvoren je novi prostor za diskusiju i pretpostavke o detaljima mehanizama erozijskog trošenja keramičkih materijala.

SADRŽAJ

1. UVOD	12
2. TEHNIČKA KERAMIKA	13
2.1. OPĆENITO O TEHNIČKOJ KERAMICI	13
2.2. PROIZVODNJA TEHNIČKE KERAMIKE	14
2.3. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE	20
2.3.1. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA KEMIJSKOM SASTAVU	20
2.3.2. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA VELIČINI ZRNA	21
2.3.3. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA NAMJENI	21
2.4. ALUMINIJ OKSIDNA KERAMIKA	22
2.4.1. ALUMINIJ OKSID (Al_2O_3)	22
2.4.2. PODJELA ALUMINIJ OKSIDNE KERAMIKE	24
2.5. ALUMINIJ NITRIDNA KERAMIKA	25
3. EROZIJA	29
3.1. KUTEVI UPADA ČESTICA	29
3.1.1. MEHANIZAM EROZIJE PRI MANJIM KUTEVIMA UPADA ČESTICA (ABRAZIVNA EROZIJA)	30
3.1.2. MEHANIZAM EROZIJE PRI VEĆIM KUTEVIMA UPADA ČESTICA (UDARNA EROZIJA)	31
3.2. PUKOTINE	32
3.2.1. PUKOTINE NASTALE PRILIKOM OPTEREĆENJA	32
3.2.2. PUKOTINE NASTALE PRILIKOM RASTEREĆENJA	34
4. ISPITIVANE KERAMIKE	36
4.1. MIKROSTRUKTURA ISPITIVANIH UZORAKA –KERAMOGRAFSKA ANALIZA	37
4.2. PREGLED MEHANIČKIH SVOJSTAVA ISPITIVANIH VRSTA KERAMIKE	44
5. ISPITIVANJE EROZIJSKE OTPORNOSTI U OVISNOSTI O KUTU UPADA ČESTICA ERODENTA	46
5.1. OPREMA	46
5.2. TIJEK ISPITIVANJA	48

5.3. REZULTATI ISPITIVANJA	52
5.4. PROMJENE NA POVRŠINI	56
5.4.1. UTVRĐIVANJE HRAPAVOSTI	57
5.4.2. TOPOGRAFIJA	72
6. ZAKLJUČAK	82
7. LITERATURA	83

POPIS SLIKA

Slika 1.	Usporedba svojstava keramike, metala i polimera	13
Slika 2.	Mogući mehanizmi reduciranja površinske energije uslijed Sinteriranja	17
Slika 3.	Ovisnost veličine zrna i gustoće o procesu reduciranja površinske Energije	18
Slika 4.	Atomski mehanizmi u toku sinteriranja.....	19
Slika 5.	Prikaz heksagonske strukture α - Al_2O_3 kao dominantno ionskom vezom spojenih metalnih i nemetalnih elemenata.....	22
Slika 6.	Nastanak kationa i aniona.....	23
Slika 7.	<i>Wurtzinta</i> struktura AlN -a.....	26
Slika 8.	Poligon sila u slučaju abrazivne erozije.....	30
Slika 9.	Poligon sila u slučaju udarne erozije.....	31
Slika 10.	Grafički prikaz nastanka konusne pukotine.....	32
Slika 11.	Video snimka propagacije konusne pukotine nastale udarom sferne WC – čestice o površinu stakla.....	33
Slika 12.	Prikaz presjeka mjesta udara čestice s radijalnim pukotinama.....	34
Slika 13.	Oštećenje na površini safira (Al_2O_3) prouzročeno udarom čestice SiC pri kutu udara od 90° i brzini 90 m/s.....	35
Slika 14.	Prikaz nastalih lateralnih pukotina u staklu uslijed udara čestice erodenta.....	35
Slika 15.	Mikrostruktura aluminij oksidne keramike promatrana optičkim mikroskopom (a i b), pretražnim elektronskim mikroskopom (c i d), te mikroskopom atomski sila (e).....	41
Slika 16.	Keramografski pripremljena površina aluminij nitridne keramike pri uvećanju ~ 10000 puta, promatrana pretražnim elektronskim mikroskopom.....	42
Slika 17.	Lomna površina aluminij nitridne keramike pri uvećanju od ~ 5000 puta, promatrana pretražnim elektronskim mikroskopom.....	43
Slika 18.	Skica indentora i karakteristika otiska.....	45
Slika 19.	Uređaj za ispitivanje erozijske otpornosti.....	46
Slika 20.	Detalj A, izvučen sa slike 19.....	47

Slika 21.	Zrnca silicij oksidnog (kvarcnog) pijeska snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom.....	48
Slika 22.	Zrnca silicij karbidnog pijeska snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom.....	49
Slika 23.	Prikaz dimenzija uzoraka: a) aluminij oksidne i b) aluminij nitridne keramike.....	50
Slika 24.	Nosač s uzorkom i sapnica za pijesak.....	50
Slika 25.	Uzorci korišteni u ispitivanjima: a) aluminij oksidna i b) aluminij nitridna keramika.....	51
Slika 26.	Dijagramski prikaz gubitaka mase ispitivanih vrsta keramike, erodiranih silicij oksidnim pijeskom, u ovisnosti o kutu upada čestica.....	54
Slika 27.	Dijagramski prikaz gubitaka mase ispitivanih vrsta keramike, erodiranih silicij karbidnim pijeskom, u ovisnosti o kutu upada čestica.....	55
Slika 28.	Uređaj za mjerenje hrapavosti i snimanje topografije površine.....	57
Slika 29.	Shematski prikaz rada elektromehaničkog uređaja za mjerenje Hrapavosti.....	57
Slika 30.	Hrapavost: aluminij oksidna keramika prije ikakvog trošenja.....	59
Slika 31.	Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiO ₂ pri 30°.....	60
Slika 32.	Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiO ₂ pri 90°.....	61
Slika 33.	Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiC pri 30°.....	62
Slika 34.	Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiC pri 90°.....	63
Slika 35.	Hrapavost: aluminij nitridna keramika prije erozije.....	64
Slika 36.	Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiO ₂ pri 30°.....	65
Slika 37.	Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiO ₂ pri 90°.....	66
Slika 38.	Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiC pri 30°.....	67
Slika 39.	Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiC pri 90°.....	68
Slika 40.	Prikaz dijagrama hrapavosti (parametra R _z , μm); a) Al ₂ O ₃ erodiran sa SiO ₂ , b) Al ₂ O ₃ erodiran s SiC, c) AlN erodiran s SiO ₂ i d) AlN erodiran s SiC.....	70
Slika 41.	Površina aluminij oksidne keramike prije erozije, snimljena s: a) pretražnim elektronskim mikroskopom i b) elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P).....	72

Slika 42.	Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 90°, snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: a) oko 700 puta i b) oko 1000 puta.....	73
Slika 43.	Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 30°, snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: a) oko 700 puta i b) oko 1000 puta, te c) elektromehaničkim uređajem MU2- 127 (PRETHOMETER S8P).....	74
Slika 44.	Površina aluminij nitridne keramike prije erozije, snimljena s: a) pretražnim elektronskim mikroskopom i b) elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P).....	75
Slika 45.	Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 90°, snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: a) oko 700 puta i b) oko 1000 puta, te c) elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P).....	76
Slika 46.	Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 30°, snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: a) oko 700 puta i b) oko 1000 puta, te c) elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P).....	77
Slika 47.	Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij oksidnim (kvarcnim) pijeskom, snimljena elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P); a) kut upada čestica od 90° i b) kut upada čestica od 30°.....	79
Slika 48.	Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij oksidnim (kvarcnim) pijeskom, snimljena elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P); a) kut upada čestica od 90° i b) kut upada čestica od 30°.....	80

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Rezultati kemijske analize sastava sirovine i praha aluminij oksida (Al_2O_3).....	36
Tablica 2.	Pregled mehaničkih svojstava ispitivanih vrsta keramike,	44
Tablica 3.	Izmjerene vrijednosti tvrdoće aluminij nitridne keramike.....	45
Tablica 4.	Orijentacijski pregled tvrdoća erodenata i ispitivanih vrsta keramike.....	49
Tablica 5.	Gubitak mase uzoraka aluminij oksidne keramike erodiranih sa silicij oksidnim pijeskom pri različitim kutovima upada.....	52
Tablica 6.	Gubitak mase uzoraka aluminij oksidne keramike erodiranih sa silicij karbidnim pijeskom pri različitim kutovima upada.....	52
Tablica 7.	Gubitak mase uzoraka aluminij nitridne keramike erodiranih sa silicij oksidnim pijeskom pri različitim kutovima upada.....	53
Tablica 8.	Gubitak mase uzoraka aluminij nitridne keramike erodiranih sa silicij karbidnim pijeskom pri različitim kutovima upada.....	53
Tablica 9.	Popis vrijednosti izvučenih s dijagrama na slikama 30 – 39.....	69

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Značenje
d	mm	Srednja vrijednost dijagonale baze prizme
E	N/mm ²	Youngov modul elastičnosti
F	N	Sila
F_k	mm ²	Površina kruga
F_m	μm ²	Prosječna površina zrna
G	N/mm ²	Modul smičnosti
HV1		Tvrdoća po Vickersu
K_{IC}	Nmm ^{-3/2}	Lomna žilavost
L	mm	Duljina
ln	mm	Duljina vrednovanja
m	kg	Masa
n	min ⁻¹	Brzina vrtnje
R_a	μm	Srednje aritmetičko odstupanje profila
R_{max}	μm	Najveća visina profila
R_{ms}	N/mm ²	Svojna čvrstoća
R_{mt}	N/mm ²	Tlačna čvrstoća
R_z	μm	Prosječna visina neravnina
ρ	kg/m ³	Gustoća
v	m/s	Brzina
w	%	Maseni udio

1. UVOD

Keramički materijali su anorganski materijali sastavljeni od metalnih i nemetalnih elemenata spojenih ionskim i/ili kovalentnim vezama. Mnogostruke mogućnosti primjene keramičkih proizvoda temelje se na specifičnim svojstvima keramičkih materijala. Osim svojstava poput visoke kemijske postojanosti, te specifičnih električnih i toplinskih svojstava, koja su gotovo isključivo dirigirala dosadašnju primjenu keramičkih materijala, danas svaki novi pomak u tumačenju mehanizama erozijskog trošenja ove grupe materijala omogućava i nove primjene istih. Posljednjih godina sve je izraženiji interes za primjenu keramičkih materijala i u službi različitih konstrukcijskih rješenja.

Shodno navedenim novim trendovima, u ovom radu će biti provedena ispitivanja erozijske otpornosti dviju vrsta keramičkih materijala iz naslova, u ovisnosti o kutu upada čestica erodiranih (silicij oksidnog i silicij karbidnog pijeska).

Dobivene rezultate će biti potrebno usporediti s već definiranim mehanizmima erozijskog trošenja, te ih ujedno potkrijepiti podacima o uočenim promjenama na erodiranim površinama uzoraka.

Ukoliko dobiveni podaci o gubicima mase, u ovisnosti o kutu upada čestica erodiranih, budu pratili trend zabilježen u literaturi, biti će to potvrda kako oprema, do sada korištena za ispitivanje erozijske otpornosti metala, sasvim zadovoljava uvjete za ispitivanje erozijske otpornosti krhkih materijala poput aluminij oksidne i aluminij nitridne keramike.

Nadalje, prateća ispitivanja vezana uz stanje erodiranih površina ispitivanih uzoraka, dat će dodatan uvid u detalje mehanizama koji se javljaju tijekom ove vrste trošenja keramičkih materijala.

U ovom radu, ispitivane keramike odabrane su kao glavni predstavnici svojih grupa u podjeli prema kemijskom sastavu; aluminij oksidna keramika najrašireniji je predstavnik grupe oksidne keramike, a aluminij nitridna keramika značajni je predstavnik grupe neoksidne keramike. O prirodi veza, detaljnijim podjelama i svojstvima ovih materijala, bit će govora u nastavku ovoga rada.

2. TEHNIČKA KERAMIKA

2.1. OPĆENITO O TEHNIČKOJ KERAMICI

U posljednja dva desetljeća znakovit je porast primjene tehničke keramike, i to ne više samo kao kemijski inertnog i vatrootpornog materijala. Nova su istraživanja na području materijala dala zamah uporabi tehničke keramike u dinamički i tribološki opterećenim sustavima, gdje posebice njena tribološka primjena bilježi kontinuirani komercijalni uzlet.

Zbog svojih univerzalnih svojstava i povoljnog omjera cijene i kvalitete, upravo aluminij oksidna keramika (Al_2O_3) predstavlja primjer najšire tribološke primjene tehničke keramike.

Iz pregleda danog na slici 1, najzanimljivija je usporedba svojstava tehničke keramike i metala, obzirom da obje skupine materijala, donekle, međusobno konkuriraju u primjeni, na račun svojih dobrih ili manje dobrih svojstava.

	Keramika	Metal	Polimeri
Tvrdoća	↑	↓	↓
Modul elastičnosti	↑	↑	↓
Otpornost na visoke temperature	↑	↓	↓
Toplinska rastezljivost	↓	↑	↑
Duktilnost	↓	↑	↑
Otpornost na koroziju	↑	↓	↓
Otpornost na trošenje	↑	↓	↓
Električna vodljivost	↑↓	↑	↓
Gustoća	↓	↑	↓
Toplinska vodljivost	↑↓	↑	↓
↑ Tendencija k višim vrijednostima ↓ Tendencija k nižim vrijednostima			

Slika1. Usporedba svojstava keramike, metala i polimera, [1]

U odnosu na metalne materijale, tehnička keramika ima sljedeća svojstva [1]:

- višu tvrdoću, posebice pri višim temperaturama,
- višu čvrstoću (savojnu i tlačnu), posebice pri višim temperaturama,
- viši modul elastičnosti,
- visoku kemijsku postojanost,
- visoku otpornost trošenju,
- nisku gustoću,
- nižu toplinsku rastezljivost,
- nižu toplinsku i električnu provodljivost.

Iz svih svojstava tehničke keramike, kao nedostaci u tehničkoj primjeni navode se [1]:

- krhkost,
- niska otpornost na toplinski šok,
- niska vlačna čvrstoća,
- visoki troškovi proizvodnje.

No, svojstva proizvoda od tehničke keramike mogu se prilagođavati specifičnoj namjeni tako da se ciljano mijenja njihov kemijski sastav, te pomno planira njihov način oblikovanja i princip pečenja.

2.2. PROIZVODNJA TEHNIČKE KERAMIKE

Ukoliko se izuzme proizvodnja monokristalnih struktura, gdje iz rastaljene sirovine na klici kristalizacije raste i izvlačenjem se hladi monokristalna struktura (monokristalni safir, npr.), proizvodnju tehničke keramike šire namjene (polikristalne strukture) karakterizira nekoliko uobičajenih koraka.

Pripravljanje mase

Prah prirodnih ili sintetičkih sirovina ulazi u postupak pripravljanja mase. U tom početnom koraku vrši se (po potrebi) mljevenje praha, miješanje, filtriranje, granuliranje, sušenje i sl. Miješanjem pripremljenog praha sirovine s određenim aditivima (što mogu biti

pomoćna sredstva za sinteriranje, sredstva za tečenje, sredstva za plastificiranje, te sredstva za očvršćivanje). Aditivi koji se dodaju ovisno o vrsti sirovine te namjeni budućeg proizvoda, modificiraju svojstva mase koja ulazi u daljnju obradu, a time i svojstva konačnog izratka. Ovako pripravljena masa (koju proizvođač keramike sam može pripremljati ili je gotovu kupiti) odlazi na oblikovanje kao sljedeći logični korak, [1].

Oblikovanje i sabijanje

Kako je naknadna obrada gotove keramike zahtjevnija i skuplja, prije postupka sinteriranja od pripravljene mase oblikuju se sirovci. U postupku oblikovanja od izuzetne je važnosti da se ne stvore različiti gradijenti gustoće i teksture (zato je bitno prethodno dobro miješanje mase koja se oblikuje) jer to u postupku pečenja (sinteriranja) može dovesti do izraženih deformacija i pojave zaostalih naprezanja. Neizostavan segment postupka oblikovanja je i sabijanje sirovca. Postupci oblikovanja sirovca koji dolaze u obzir su: suho prešanje, mokro (vlažno) prešanje, izostatičko prešanje, ekstrudiranje, injekcijsko prešanje, suspenzijsko lijevanje, lijevanje u tanke folije, vruće prešanje i drugi, [1].

Postupci pred sinteriranje

U sljedećem je koraku potrebno pažljivo iz sirovca ukloniti sve one komponente (aditive, vlagu i sl.) koji bi pri visokim temperaturama pečenja mogli izgorjeti ili ishlapiti, te na taj način utjecati na geometriju i dimenzije obratka, ostavljajući iza sebe različite gradijente gustoće i teksture u materijalu. U tu svrhu razlikujemo postupke sušenja, izgaranja veziva te pretpečenja (prožarivanja). **Sušenjem** se uklanja voda kojom su čestice bile okružene u oblikovanoj vlažnoj masi, međusobno se približavaju, te dolazi do smanjivanja volumena. Plastifikatori, očvršćivači i drugi (organski) aditivi dodani sirovcu u svrhu povećanja lomne čvrstoće, prije postupka sinteriranja, iz sirovca se uklanjaju **izgaranjem**. Nakon sušenja i izgaranja, oblikovani se sirovac na okupu drži samo zahvaljujući adhezijskim silama, te (kako se ne bi raspao uslijed rukovanja njime) ove postupke valja spojiti postupkom sinteriranja. **Pretpečenjam (prožarivanjem)** povećava se čvrstoća sirovca i omogućuje dodatna obrada istog, npr. odvajanjem čestica (tzv. *bijela obrada*), te olakšava rukovanje. Nanošenjem staklenom fazom bogatih glazura na površinu sirovca (**glaziranjem**), osigurava

se glatka površina keramike nakon sinteriranja, a istim je postupkom moguće modificirati boju površine, poboljšati kemijsku postojanost, električna svojstva i slično, [1].

Sinteriranje

Pečenjem (sinteriranjem) se, prethodno oblikovanom sirovom izratku (u definiranom vremenu, na zahtijevanoj temperaturi i u kontroliranoj atmosferi) povećava čvrstoća i gustoća, a uslijed smanjenja poroznosti u materijalu, dolazi i do smanjenja volumena (tzv. *skupljanje uslijed pečenja*).

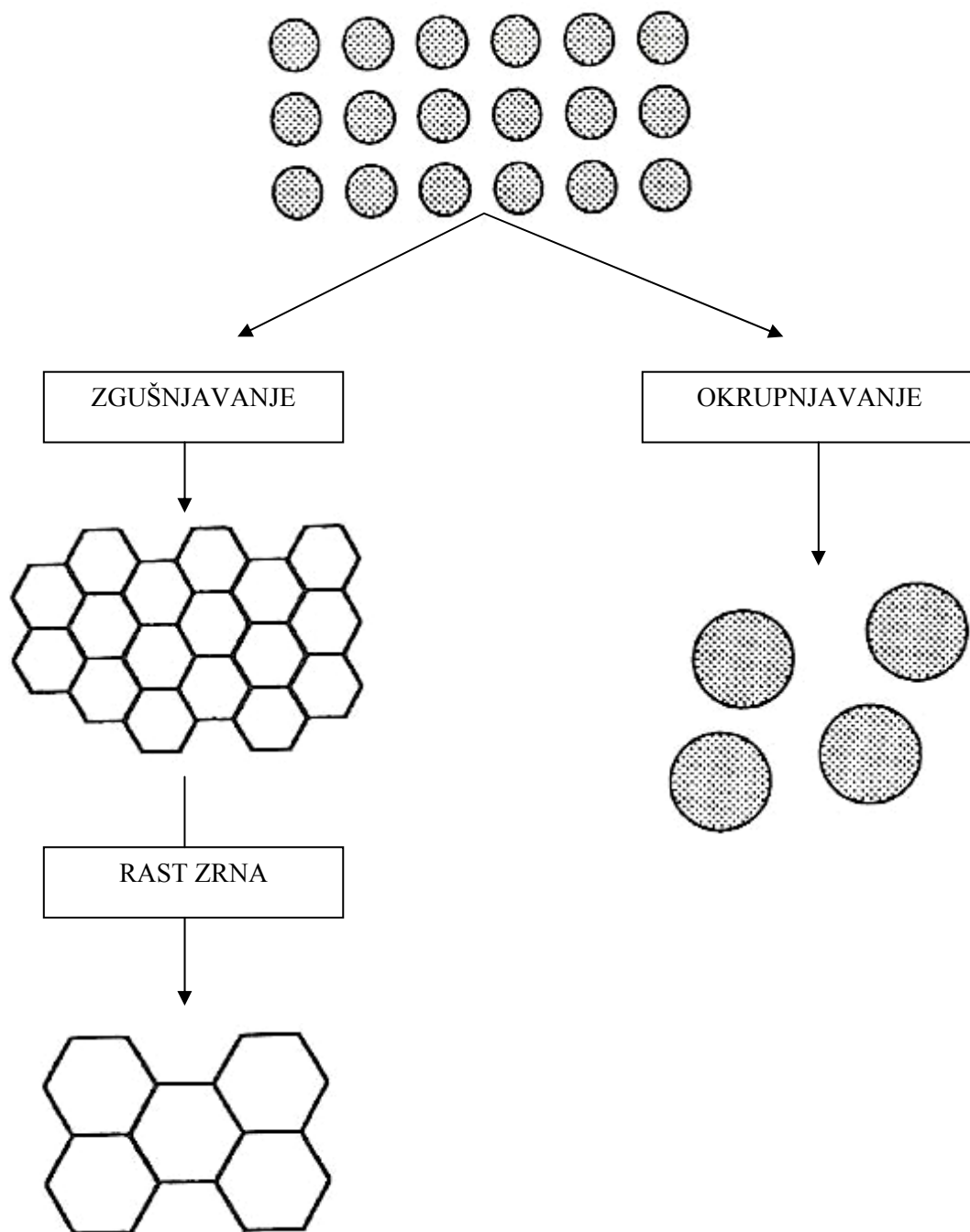
Prema broju komponenata i prisutnih faza sinteriranje dijelimo na, [1]:

- sinteriranje jednokomponentnih sustava,
- sinteriranje višekomponentnih sustava,
- suho sinteriranje,
- mokro sinteriranje.

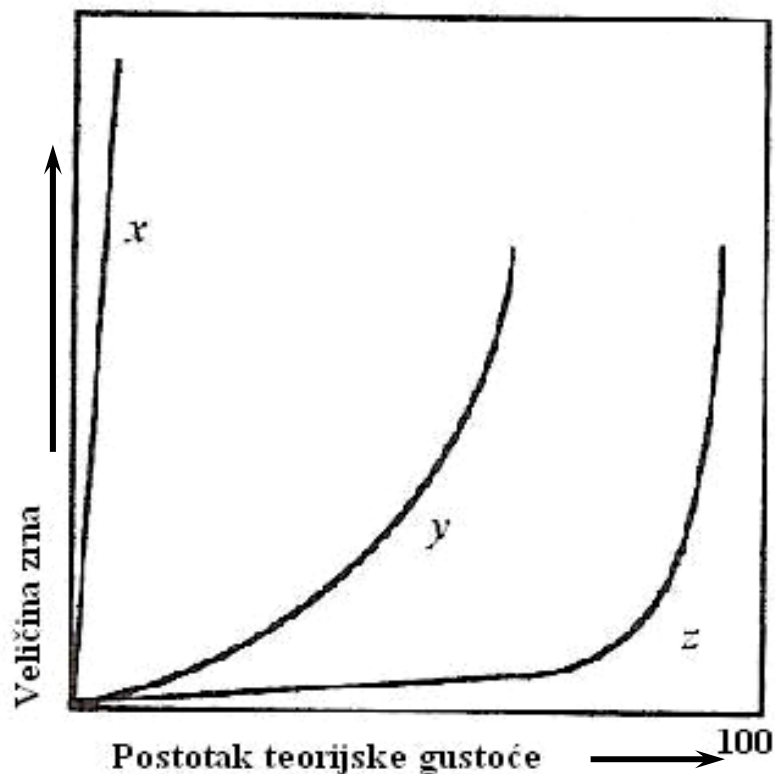
Prema osnovnoj pokretačkoj sili u postupku sinteriranja, razlikuje se [1]:

- kemijsko sinteriranje,
- sinteriranje uz primjenu tlaka (mehaničko sinteriranje),
- sinteriranje pri povišenim temperaturama (toplinsko sinteriranje),
- sinteriranje uz istovremenu primjenu tlaka i topline.

U slučaju keramika od interesa (iz naslova rada), odvija se tzv. *suho sinteriranje* – proces u kojemu pokretačka sila počiva na redukciji površinske energije. Redukcija površinske energije može se postići okrupnjavanjem ili pak zgušnjavanjem (slika 2). Ukoliko je proces okrupnjavanja dominantniji, zrna, ali i pore s vremenom rastu. U slučaju da je proces zgušnjavanja dominantniji (čemu valja težiti), pore se postupno smanjuju, te na posljétku nestaju, čime se postiže kompaktno skupljanje. Dakle, ovisno o tome kojim se mehanizmom reducira višak energije, mijenja se gustoća materijala i veličina kristalnog zrna (slika 3), [1, 2].



Slika 2. Mogući mehanizmi reduciranja površinske energije uslijed sinteriranja, [3]



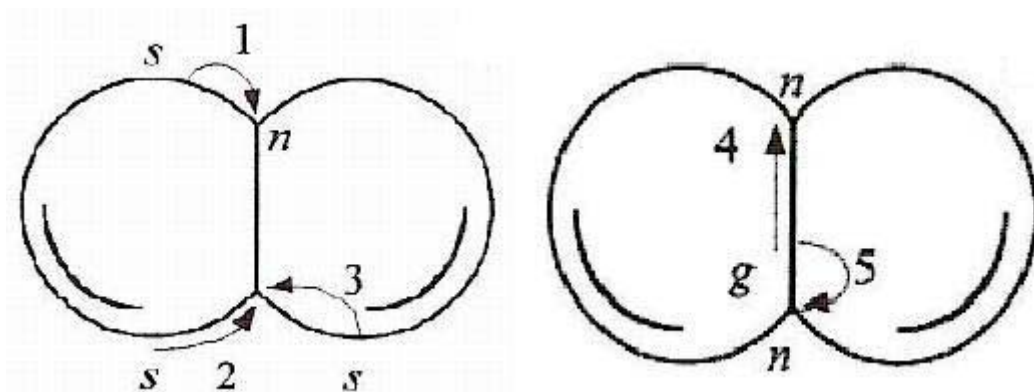
Slika 3. Ovisnost veličine zrna i gustoće o procesu reduciranja površinske energije, [3]

Na slici 3, krivulja *y* predoduje kako se u postupku sinteriranja mijenjaju veličina zrna i gustoća ukoliko se mehanizmi okrupnjavanja i zgušnjavanja odvijaju istovremeno. Krivulja *z* prikazuje slučaj okrupnjavanja, koje nastupa tek nakon skupljanja i postizanja gustoće bliske teorijskoj. Jednako tako, sa slike 3, vidljivo je kako slijedom krivulje *x* nastaju velika zrna, a nizak postotak postignute teorijske gustoće ukazuje na nastanak velikih pora, [3].

U pozadini svega što se u postupku sinteriranja događa stoje atomski mehanizmi (slika 4) kojima se odvija prijenos mase u kompaktiranom prahu. Pet je takvih osnovnih mehanizama, [3]:

1. Isparavanje – kondenzacija (putanja 1 na slici 4).
2. Površinska difuzija (putanja 2 na slici 4).
3. Volumna difuzija čije je djelovanje dvojako; prijenos mase od površine prema području vrata (putanja 3 na slici 4), te prijenos mase od granice zrna prema području vrata (putanja 5 na slici 4).

4. Difuzija po granicama zrna od područja granice zrna prema području vrata (putanja 4 na slici 4).
5. Puzanje ili viskozni tok – mehanizam koji za nužnu posljedicu ima plastičnu deformaciju ili viskozni tok čestica od područja visokih prema području nižih napetosti, te vodi zgušnjavanju.



Slika 4. Atomijski mehanizmi u toku sinteriranja, [3]

Na slici 4 vidljivo je kako upravo nastali *vrat* između čestica omogućava difuzijske mehanizme atoma među njima (prijenos mase).

Konstruiranje s keramikom

U izradi keramičkih dijelova potrebno je voditi računa o dva bitna faktora; već spomenutom skupljanju keramike u toku sinteriranja i visokoj tvrdoći gotovih dijelova, koja umanjuje mogućnost naknadne strojne obrade (odvajanjem čestica). Iz navedenih razloga, sirovac se oblikuje na gotov oblik, te se strojno obrađuje na potrebne dimenzije (u ovisnosti od očekivanog skupljanja). Strojna je obrada moguća i nakon pretpečenja. Nakon sinteriranja, strojna obrada je teško provediva i skupa, te se u tom stanju obično provodi tek završna obrada (brušenje, lepanje, poliranje...), a dubine obrade mjere se u mikrometrima.

2.3. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE

Tehničku keramiku možemo podijeliti prema:

- kemijskom sastavu,
- veličini zrna,
- namjeni.

2.3.1. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA KEMIJSKOM SASTAVU

Prema kemijskom sastavu keramiku možemo podijeliti na, [1]:

- silikatnu keramiku,
- oksidnu keramiku,
- neoksidnu keramiku.

Silikatna keramika

Silikatna keramika je najstarija, najpristupačnija i bitno najjeftinija vrsta keramike. Sastoji se od kristalne i staklene faze (> 20 %), čiji je glavni sastojak silicij oksid (SiO_2). Najveću primjenu, silikatna keramika i danas nalazi u termotehnici, mjernoj tehnici, tehnici visokog i niskog napona te u izradi vatrostalnih proizvoda, [1]. Primjeri silikatne keramike su: porculan, mulit, kordijerit, steatit.

Oksidna keramika

Dobra svojstva oksidna keramika posjeduje zbog ujednačene mikrostrukture, osigurane sinteriranjem na visokim temperaturama, [1]. U ovoj grupi materijala razlikujemo JEDNOKOMPONENTNE SUSTAVE, građene od jedne kristalne faze – metalnih oksida (aluminijev oksid, magnezijev oksid, cirkonijev oksid, i dr.), te VIŠEKOMPONENTNE SUSTAVE [2]:

- miješanu oksidnu keramiku (aluminijev titanat, olovni cirkonij – titanat, i dr.),
- kompozitnu keramiku (npr, aluminijev oksid ojačan cirkonijevim oksidom).

Neoksidna keramika

U ovu skupinu keramike se ubrajaju materijali čija su osnova spojevi bora, ugljika, dušika i silicija, bez staklene faze (ili sa zanemarivim udjelom iste). Najrašireniju primjenu iz ove skupine materijala imaju: silicij karbid, silicij nitrid, aluminijski nitrid i bor-karbid, [1].

2.3.2. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA VELIČINI ZRNA

Prema veličini zrna, keramiku dijelimo na, [1]:

- grubu keramiku (s veličinom zrna od 0,1 mm do 0,2 mm),
- finu keramiku (s veličinom zrna manjom od 0,1 mm).

2.3.3. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA NAMJENI

Prema namjeni, tehničku keramiku možemo podijeliti na, [1]:

- funkcionalnu keramiku,
- visokokvalitetnu keramiku (visokokvalitetan materijal koji je pretežno nemetalan anorganski),
- konstrukcijsku (inženjersku) keramiku,
- reznu keramiku (visokokvalitetan materijal, otporan na trošenje i visoke temperature),
- elektrokermiku (primjena u elektronici i elektrotehnici)
- biokeramiku (primjena u ljudskom organizmu u vidu implantata).

2.4. ALUMINIJ OKSIDNA KERAMIKA

2.4.1. ALUMINIJ OKSID (Al_2O_3)

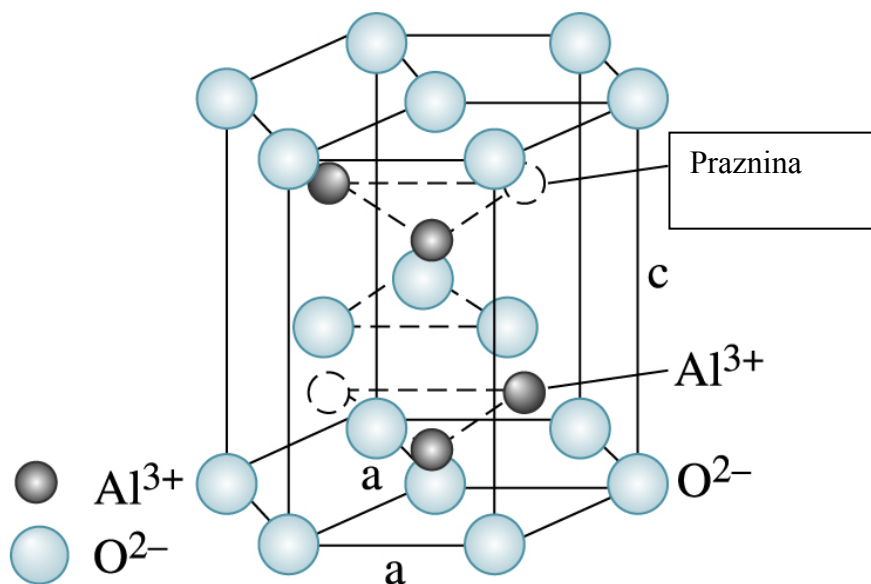
Aluminij oksid u prirodi nalazimo u spoju poznatom pod imenom KORUND, a koji je sastavni dio topaza, ametista, smaragda te rubina i safira, kao dragog kamenja.

No, ekstrakcija korunda za tehničku primjenu, vrši se iz ruda boksita, kriolita te glina, u kojima udio aluminij oksida (Al_2O_3) iznosi barem 50 %. Najrašireniji postupak ekstrakcije i pročišćavanja korunda je "Bayerov proces". U prvom se koraku Bayerova procesa fino samljevena ruda boksita, pri povišenoj temperaturi i tlaku, razlaže pomoću otopine natrijeve lužine. Nerazloženi ostatak predstavlja otpad, tzv. "crveni mulj".

Iz dobivenog vrućeg filtrata, snižavanjem temperature i tlaka, kristalizira aluminij hidroksid ($\text{Al}(\text{OH})_3$). Proces se nastavlja ispiranjem i žarenjem aluminijevog hidroksida u rotacijskim pećima na temperaturama oko 1200°C . Time, slijedom izraza (1):



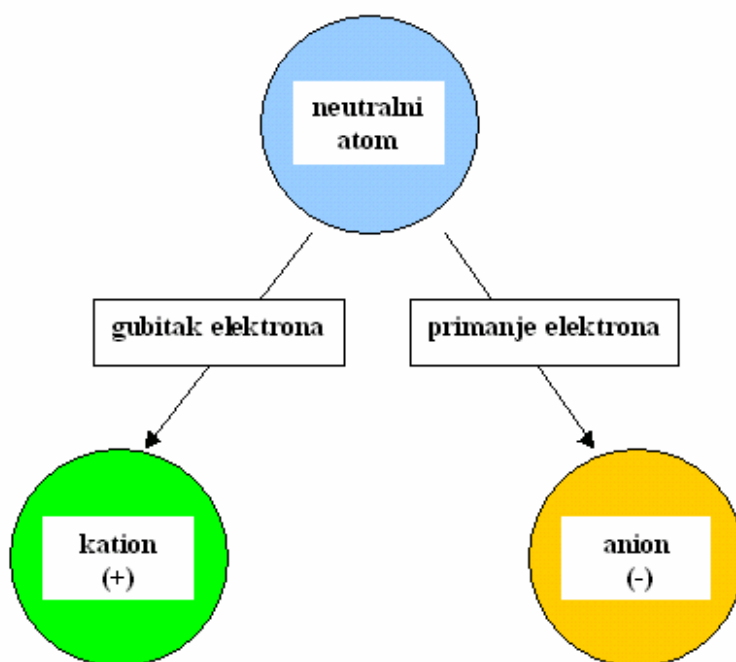
dobivamo najstabilniju, heksagonsku strukturu α - Al_2O_3 , poznatu kao korund. Dobiveni, tehnički čisti korund, poznat još pod nazivima HIJALIN ili LEUKOSAFIR, kemijski je izuzetno postojan, a talište mu je pri temperaturi oko 2045°C , [4].



Slika 5. Prikaz heksagonske strukture α - Al_2O_3 kao dominantno ionskom vezom spojenih metalnih i nemetalnih elemenata, [2]

Obzirom na visok udio ionskog karaktera u vezama strukturnih jedinica (iona), aluminij oksidna keramika svrstava se u grupu *ionskih kristala*. Mehanizam djelovanja

ovakvih snažnih primarnih (kemijskih) veza temelji se na zakonitostima elektrostatske privlačnosti suprotno nabijenih čestica – pozitivno i negativno nabijenih iona. Da bi atomi ostvarili pozitivan ili negativan naboj, odnosno da bi prešli u ione, jedan od atoma mora otpustiti određeni broj elektrona, a drugi mora primiti neki broj elektrona (slika 6) – ovisno o brojčanom stanju elektrona u vanjskoj ljusci. Svrha otpuštanja ili zaprimanja elektrona je postizanje stabilne konfiguracije u vanjskoj ljusci elektronskog omotača. Upravo su atomi metala oni koji uslijed male energije ionizacije lako otpuštaju elektrone i prelaze u pozitivno nabijene ione – katione. Atomi nemetala, pak, imaju velik afinitet prema elektronima, pa posljedično prelaze u negativno nabijene ione – anione.



Slika 6. Nastanak kationa i aniona

Kako je uslijed prelaska atoma aluminija u kation broj elektronskih ljuski smanjen, a nepromijenjen broj protona u jezgri jače privlači preostale elektrone, polumjer kationa je manji u odnosu na polumjer aniona, [5]. Na račun takve razlike u dimenzijama kationa i aniona, kristalna struktura sa slike 5 (α - Al_2O_3) nastaje tako što anioni aluminija popunjavaju 2/3 oktaedarskih praznina unutar gusto slagane heksagonske strukture, sačinjene od aniona kisika, [2].

Upravo ovo gusto slaganje iona aluminija i kisika u heksagonskoj rešetki rezultira **dobrim** mehaničkim i toplinskim svojstvima keramike nastale sinteriranjem iz praha korunda, [1, 6];

- visoka gustoća,
- visoka tlačna čvrstoća i tvrdoća,
- dobra otpornost abrazijskom trošenju,
- općenito otporan prema djelovanju agresivne okoline, osim ograničeno prema lužinama,
- dobar električni izolator,
- uz odgovarajuću preradu je proziran pa se rabi u optičkoj industriji,
- niska cijena sirovine i usvojena tehnologija oblikovanja,

uz nedostatke :

- nisku žilavost,
- niska vlačna čvrstoća i
- nisku otpornost toplinskom umoru.

2.4.2. PODJELA ALUMINIJ OKSIDNE KERAMIKE

Podjela aluminij oksidne keramike bazira se na udjelu Al_2O_3 , koji u komercijalno iskoristivoj kreće od 90 % do 99,95 %. Viši udio Al_2O_3 znači i veću strukturnu čistoću keramike. Grubom se podjelom može ilustrirati ovisnost primjene o udjelu Al_2O_3 , [6];

- 90 % - 97 % udjela Al_2O_3 – struktura grubog zrna pogodna je za metalizaciju u svrhu spajanja lemljenjem
- 98 % - 99,95 % predstavlja uobičajeni raspon udjela Al_2O_3 za izostatičko prešanje i ekstrudiranje izradaka uz nizak trošak.

Bez obzira na varijacije u udjelu Al_2O_3 , aluminij oksidna keramika, zbog svojih općih kvaliteta te niske cijene sirovine, upotrebljava se za izradu elemenata koji su izloženi ekstremnim uvjetima temperature, tlaka i naprezanja te kemijski agresivnim medijima. Neki od konkretnih primjera primjene su rezni alati, svjećice motora s unutarnjim izgaranjem, dijelovi mlaznih motora, dijelovi pumpi za agresivne medije, implantati u ljudskom organizmu te brojni drugi.

Erozijska otpornost aluminij oksidne keramike, kao jedno od njenih glavnih svojstava, bit će u nastavku rada detaljnije analizirana kroz tribološki sustav erozije česticama.

2.5. ALUMINIJ NITRIDNA KERAMIKA

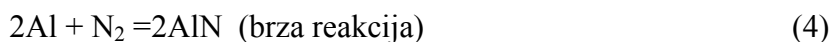
Aluminij nitridna keramika, temeljem specifične kombinacije svojstava, jedan je od najznačajnijih predstavnika grupe neoksidnih keramika.

Aluminij nitrid (AlN) prvi puta je sintetiziran 1877. godine, ali je puni potencijal istoga počeo biti iskorištavan tek nakon 1980. godine, s razvojem mikroelektronike (zbog svojstava koja posjeduje, a o kojima će biti riječi), [7].

Aluminij nitrid nije moguće naći u prirodi, stoga ga je potrebno sintetizirati jednim od sljedećih procesa, [7]:

- a) karbo-termalnom redukcijom prethodno dobivenog praha Al_2O_3 , te
- b) direktnim nitriranjem aluminija.

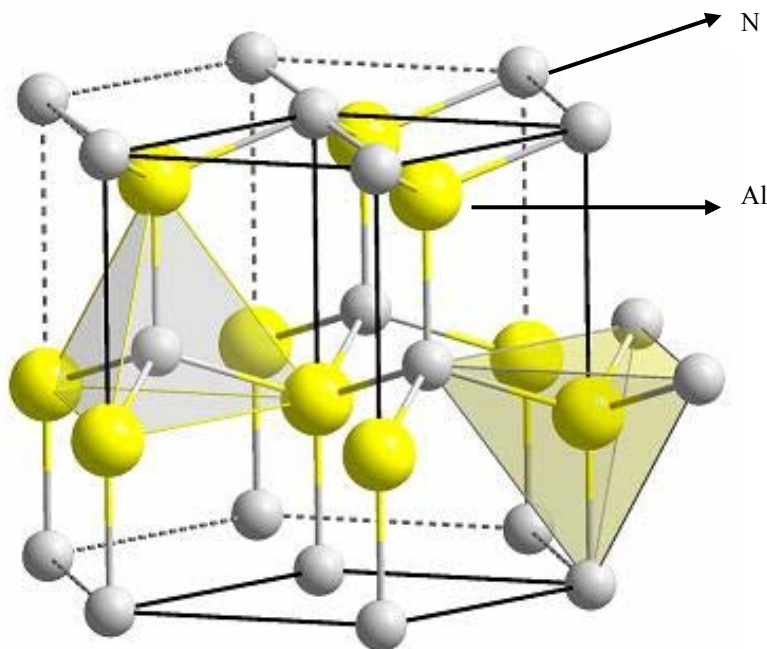
U postupku karbo-termalne redukcije, smjesa praha aluminij oksida (Al_2O_3) i grafita (C), u molarnom omjeru 1:3, reducira se u atmosferi dušika (N_2). Glavni ograničavajući faktor na brzinu procesa je sagorijevanje ugljika (3), koje predstavlja najsporiju reakciju u cijelom procesu. Proces je moguće predočiti sljedećim izrazima, [8]:



Ukoliko se α - Al_2O_3 zamijeni prahom $\text{Al}(\text{OH})_3$, reakcija postaje znatno intenzivnija; smanjuju se temperatura i vrijeme potrebno za reakciju, a ujedno je i udio kisika u AlN smanjen, te je dobivena keramika na kraju bolje kvalitete. U navedenoj reakciji, aluminijev hidroksid (postupkom dehidracije) prvo prelazi u aluminijev oksid (Al_2O_3), a zatim se reducira te nitriranjem nastaje aluminijev nitrid (AlN), uz vodu (H_2O) i ugljični monoksid (CO) kao nusprodukte, [9]:



U oba slučaja nastaje kristalna heksagonska struktura gusto slaganih atoma dušika, gdje 1/2 tetragonalno raspoređenih praznih mjesta popunjavaju atomi aluminija (slika 7). Takva se struktura još naziva i *wurtzitna* struktura, [10].



Slika 7. *Wurtzitna* struktura AlN-a, [11]

U kristalnoj strukturi aluminij nitridne keramike prevladavaju kovalentne veze - atomi aluminija i dušika međusobno su vezani kemijskim (primarnim) kovalentnim vezama. Uvriježena (i nadasve pojednostavljena) teorija ovakvih veza pretpostavlja da dva povezana atoma dijele jedan ili više elektronskih parova. Pritom, zbog blizine jezgara atoma, jezgra jednoga privlači elektrone drugoga i obratno, osiguravajući svakom atomu u vezi stabilnu elektronsku konfiguraciju.

Kao rezultat ovakvih veza i mikrostrukture, aluminij nitridnu keramiku karakteriziraju vrlo zanimljiva svojstva, od kojih su najznačajnija visoka toplinska vodljivost te odlična električna izolacijska svojstva. Na visokim temperaturama, aluminij nitridna keramika je u inertnoj atmosferi posve stabilan materijal. Površinski oksidira na zraku kad temperatura prijeđe 700 °C, a pojava površinskog oksidnog sloja debljine 5 do 10 nm zabilježena je i na sobnoj temperaturi. Nastali sloj ujedno štiti materijal od daljnje oksidacije do temperature od 1370 °C. Iznad te temperature, oksidacija napreduje po cijelom presjeku. U atmosferi vodika i ugljičnog dioksida, aluminij nitridna keramika stabilna je do 980 °C. Ujedno, ovaj se

materijal polagano rastvara u mineralnim kiselinama i jakim alkalijima, a u dodiru s vodom podlozan je hidrolizi, koja se, ipak, odvija vrlo sporo, [12]. Pri normalnom, atmosferskom tlaku, aluminij nitrid se ne tali, već na temperaturama iznad 2230 °C disocira. Taljenje nastupa tek pri tlaku od 100 at, u dušičnoj atmosferi, na temperaturama iznad 2750 °C, [13].

Toplinska vodljivost, kao osnovno svojstvo u primjeni aluminij nitridne keramike, u direktnoj je sprezi s čistoćom početnog materijala, te s tehnološkim karakteristikama proizvodnog postupka. U svrhu povećanja toplinske vodljivosti potrebno je:

- reducirati nečistoće još u praškastom stanju (posebice kisik i silicij),
- pažljivo odabrati aditive za sinteriranje, te
- uvjete sinteriranja držati pod kontrolom.

Određene količine oksida (koje nije moguće izbjeći) na površini zrnaca praha aluminij nitrida, u reakciji s pravilno odabranim aditivima za sinteriranje (karbidima, fluoridima i sl.), pospješuju denzifikaciju, posljedično povišujući toplinsku vodljivost konačnog proizvoda, [10].

Pregled osnovnih svojstava aluminij nitridne keramike mogao bi se podijeliti na **prednosti**:

- kemijska postojanost na djelovanje većine rastaljenih metala,
- kemijska postojanost na djelovanje većine rastaljenih soli, uključujući kloride i kriolit,
- visoka toplinska vodljivost,
- visoka dielektrična (probojna) čvrstoća,
- visok otpor prolasku električne struje,

i **nedostatke**:

- smanjena postojanost na djelovanje kiselina i alkalija,
- podložnost hidrolizi u dodiru s vodom ili vlagom (posebice dok je AlN u praškastom stanju).

Primarno zbog visoke toplinske vodljivosti, dielektrične čvrstoće, te otpora prolasku električne struje, aluminij nitridna keramika se primjenjuje u mikroelektronici za izradu kućišta i podloga različitih elektronskih sklopova, gdje se generiraju visoke temperature u radu. Zbog karakteristika kemijske postojanosti, aluminij nitridna keramika upotrebljava se i

za izradu dijelova koji su u direktnom kontaktu s rastaljenim metalima, te dijelova sustava za izmjenu topline, [7].

Transparentnost prema UV zrakama čini ovaj materijal primjenjivim u izradi UV-LED elemenata, praktičnih za primjenu u sterilizaciji pitke vode i materijala osjetljivih na povišene temperature i kemikalije, te u izradi biometrijskih senzora, [14].

3. EROZIJA

Erozijsko trošenje može se definirati kao skidanje materijala sa čvrste površine uslijed mehaničke interakcije same površine i udarajućih čestica.

Za bolje razumijevanje razlike između abrazije i erozije, treba naglasiti da abrazijsko trošenje predstavlja gubitak materijala uslijed struganja krutih čestica po čvrstoj površini.

Glavna je razlika između ovih dviju vrsta trošenja što erozija uključuje transfer kinetičke energije u samu površinu. Iz toga slijedi zaključak da je gubitak materijala izazvan erozijom funkcija kvadrata brzine čestice, [15].

3.1. KUTEVI UPADA ČESTICA

Unos energije, a time u svezi i samo trošenje, u najvećoj mjeri ovisi o kutu upada čestica. Mjereno u odnosu na ravninu površine, ti kutovi mogu zauzimati vrijednosti od 0° do 90° . Prema zaključcima brojnih ispitivanja keramika, pri kutu upada od 90° , erozija će biti najizraženija, dok će s povećanjem odstupanja od pravoga kuta i erozijsko trošenje opadati.

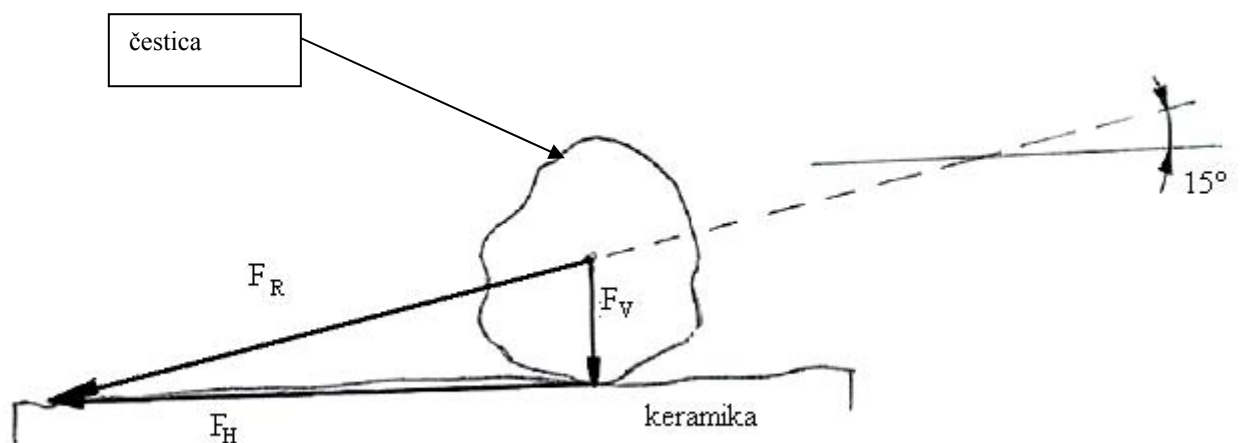
Takva značajna promjena stupnja erozije s promjenom kuta upada čestica, rezultat je različitosti mehanizama skidanja materijala.

Pri manjim kutovima upada čestica, dominantan mehanizam skidanja materijala s površine je izbijanje zrna iz površinskog sloja te plastična deformacija. S povećanjem kuta upada čestica prema 90° , dominantan mehanizam postaje samo izbijanje zrna erodirane površine, bez utroška kinetičke energije na plastičnu deformaciju, [16].

3.1.1. MEHANIZAM EROZIJE PRI MANJIM KUTEVIMA UPADA ČESTICA (ABRAZIVNA EROZIJA)

Kad su kutovi upada manji, kinetička energija čestica uglavnom izaziva efekt brazdanja površine, dok tek vrlo mali dio te energije djeluje u smjeru normale na dotičnu površinu, izazivajući tek slabija ponavljajuća udarna opterećenja. Jedine vidljive pukotine nastale abrazivnom erozijom su one na samim vrhovima brazdi.

Dok su za efekt brazdanja površine ključni plastična deformacija i rezanje materijala, za inicijaciju i propagaciju interkristalnih mikropukotina odgovorna su udarna naprezanja. Kako keramike posjeduju visoku tvrdoću, plastična deformabilnost im je (generalno) neznatna, a time je i efekt gubitka materijala abrazivnom erozijom mnogo manji, [17].



Slika 8. Poligon sila u slučaju abrazivne erozije

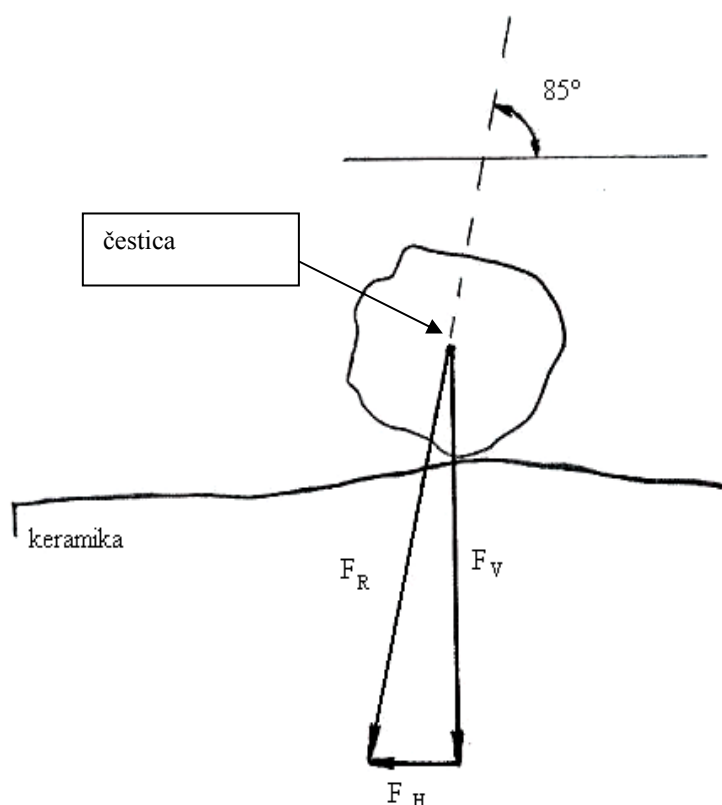
Na slici 8 je vidljivo kako dominantna horizontalna komponenta sile (F_H) uzrokuje struganje čestice površinom (abraziju), dok je za nastanak pukotina odgovorna mnogo manja vertikalna komponenta sile (F_V).

3.1.2. MEHANIZAM EROZIJE PRI VEĆIM KUTEVIMA UPADA ČESTICA (UDARNA EROZIJA)

Mnogo je izraženiji gubitak materijala erozijom česticama pri većim kutovima upada. Čestice koje o površinu materijala udaraju okomito, ili gotovo pod pravim kutom, prenose površini svu kinetičku energiju u vidu udarnih opterećenja.

Kako keramike imaju nisku lomnu žilavost, pukotine po granicama zrna lako prerastaju (propagiraju) u mrežu pukotina. U takvim uvjetima, svaki sljedeći udar čestice o površinu keramike vrlo lako izbija kristalno zrno iz njegove pozicije u površinskom sloju.

Ovim mehanizmom trošenja, gubitak materijala se može donekle usporiti ukoliko su kristalna zrna ciljne površine izdužena. Izdužena su zrna međusobno čvršće uglavljena, a i mikropukotine teže propagiraju po njihovim granicama, te interkristalne pukotine prerastaju u transkristalne, za čiju je propagaciju i potrebno mnogo veće opterećenje, [17].



Slika 9. Poligon sila u slučaju udarne erozije

Slika 9 pokazuje kako je za nastanak pukotina u površinskim slojevima keramike zaslužna dominantna vertikalna komponenta sile (F_V).

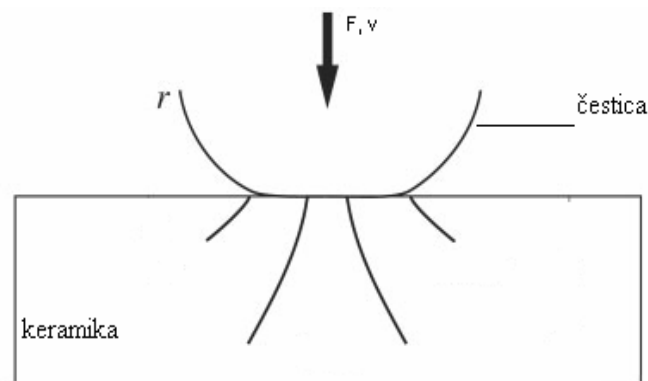
3.2. PUKOTINE

Iz prethodnog odlomka evidentno je kako je za mehanizam erozije ključna pojava i propagacija pukotina, koje uzrokuju degradaciju površinskih slojeva materijala (keramike). Ovisno o geometrijskim karakteristikama čestica, njihovoj brzini, te fazama opterećenja ili rasterećenja ciljne površine, razlikujemo tri glavne vrste pukotina, [17]:

- radijalne,
- konusne,
- lateralne.

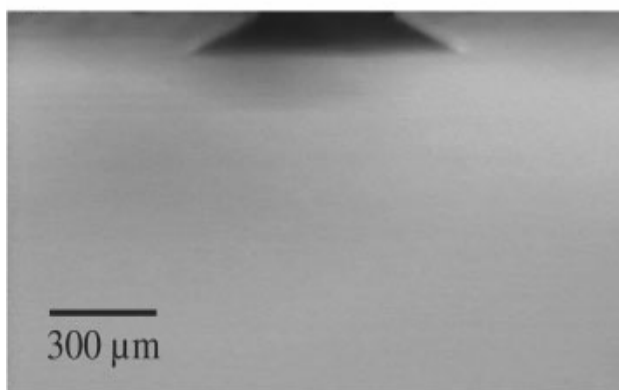
3.2.1. PUKOTINE NASTALE PRILIKOM OPTEREĆENJA

Uslijed udarnih opterećenja površine keramike česticama nastaju radijalne i / ili konusne pukotine. **Konusne pukotine**, gdje vrh konusa leži u ravnini površine ili njenoj neposrednoj blizini, su jedine pukotine koje nastaju uslijed udara tupih čestica pri malim brzinama (slike 10 i 11), [17].

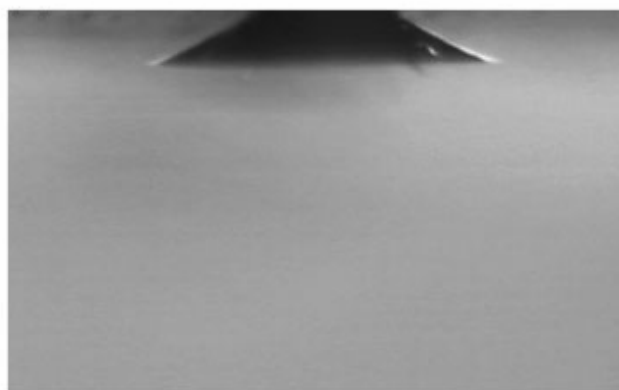


Slika 10. Grafički prikaz nastanka konusne pukotine; gdje je F sila kojom čestica udara o površinu keramike, brzinom v , [18]

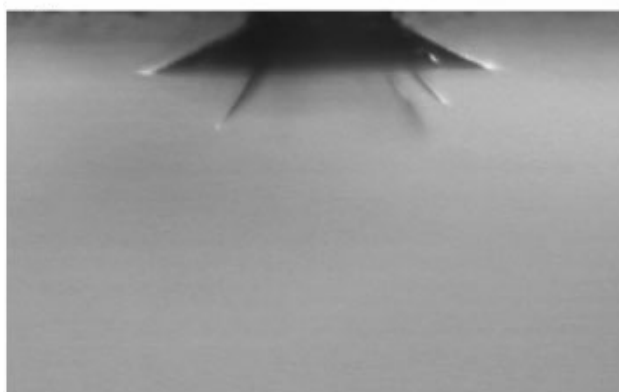
a)



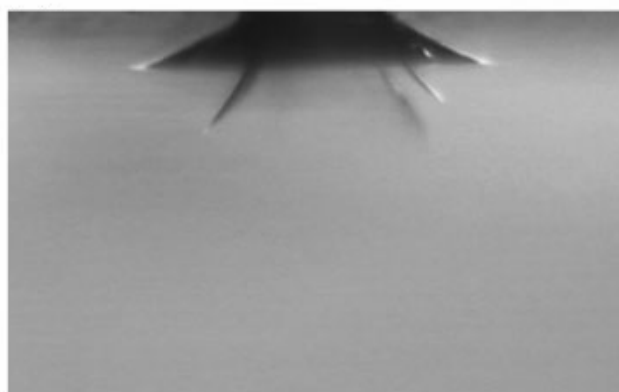
b)



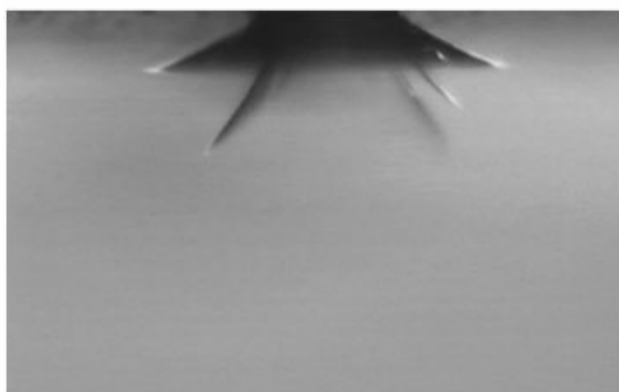
c)



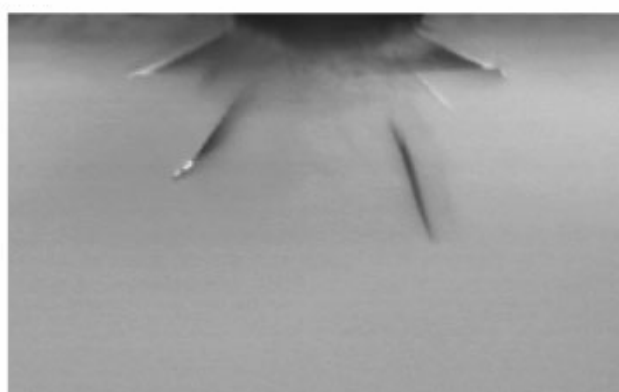
d)



e)

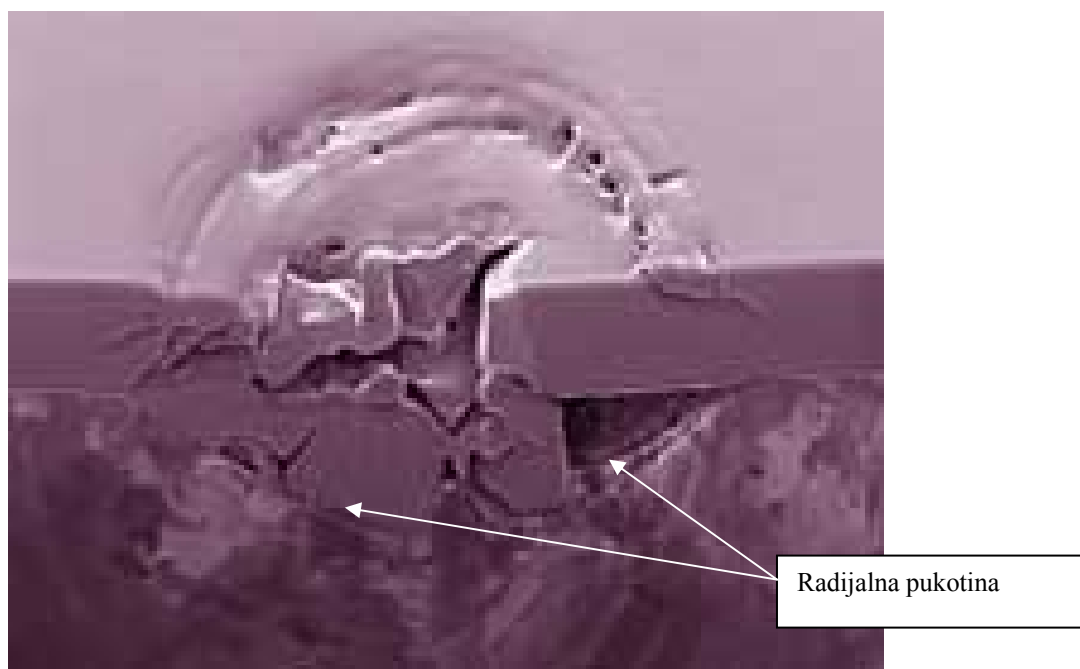


f)



Slika 11. Video snimka propagacije konusne pukotine nastale udarom sferne WC – čestice o površinu stakla, [18]

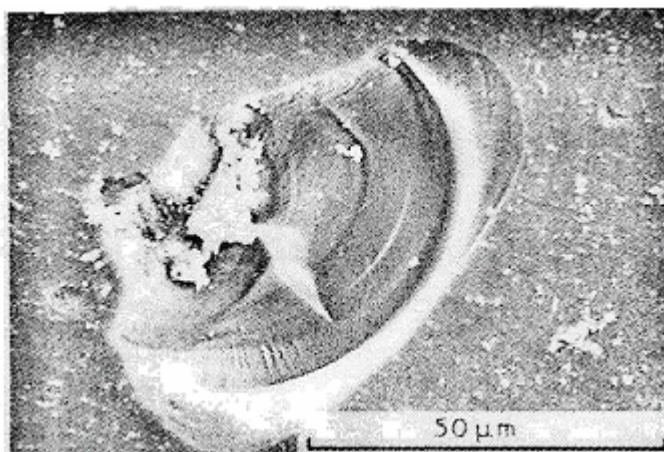
Čestice oštarih vrhova, udarom o površinu keramike uzrokuju nastanak radijalnih pukotina. **Radijalne pukotine** rasprostiru se polukružno u smjeru normale u odnosu na samu površinu (slika 12).



Slika 12. Prikaz presjeka mjesta udara čestice s radijalnim pukotinama, [19]

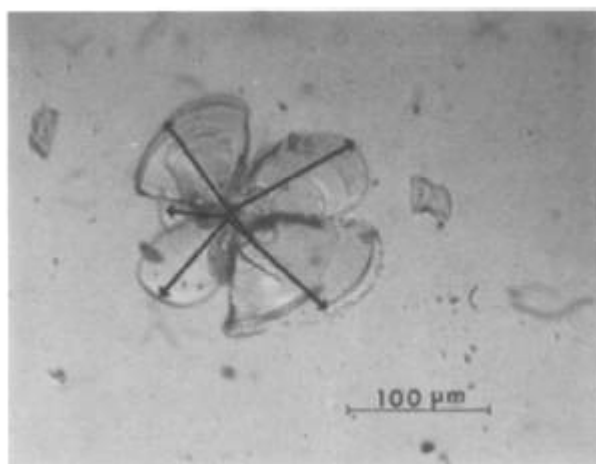
3.2.2. PUKOTINE NASTALE PRILIKOM RASTEREĆENJA

Nakon odbijanja čestice od površine, prilikom rasterećenja zone plastične deformacije, paralelno s površinom nastaju **lateralne pukotine**. Ove pukotine nastaju točno ispod udubine prouzročene udarom čestice i šire se prema gore, što u konačnici rezultira degradacijom (gubitkom) materijala na površini, [17]. Materijal biva okrhnut tek u trenutku kada (i ako) pukotina dosegne površinu.



Slika 13. Oštećenje na površini safira (Al_2O_3) prouzročeno udarom čestice SiC pri kutu udara od 90° i brzini 90 m/s, [17]

Radikalne pukotine same po sebi direktno ne uzrokuju gubitak materijala, ali predstavljaju greške u strukturi površine, umanjujući joj čvrstoću u dovoljnoj mjeri da propagacija lateralne pukotine odvoji dio materijala (slika 13).



Slika 14. Prikaz nastalih lateralnih pukotina u staklu uslijed udara čestice erodenta, [20]

Iako se ne radi o keramici, u staklu se, obzirom na njegovu krhkost, lateralne pukotine šire na sličan način (zbog amorfne strukture, u staklu su one naglašenije). Upravo je iz navedenih razloga, a u svrhu bolje predodžbe o izgledu lateralnih pukotina, u ovaj rad i uvrštena slika 14.

4. ISPITIVANE KERAMIKE

A) Aluminij oksidna keramika

Kemijsku analizu sirovine aluminij oksida obavio je proizvođač sirovine (Alcan, Kanada), a kemijsku analizu keramičkog praha aluminij oksida obavio je proizvođač praha aluminij oksida (Applied Ceramics, Inc., Kalifornija). Za utvrđivanje sadržaja nečistoća u sirovini i keramičkom prahu aluminij oksida korištena je spektrometrijska metoda induktivno spregnuta plazmom (ICP).

Rezultati kemijske analize sirovine i keramičkog praha preuzeti s deklaracije proizvođača, dani su u tablici.

Tablica 1. Rezultati kemijske analize sastava sirovine i praha aluminij oksida (Al_2O_3)

uzorak Al_2O_3	Maseni udio w , %								
	MgO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	TiO ₂	ZnO	LiO ₂	Al_2O_3
sirovina	0,049	0,01	0,02	0,03	--	--	--	--	ostatak
prah	0,066	0,015	0,02	0,05	0,013	0,002	0,001	0,005	ostatak

Prema podacima iz tablice, može se zaključiti kako se radi o prahu aluminij oksida koji sadrži 99,8 % Al_2O_3 .

Pripremu praha aluminij oksida (Al_2O_3), oblikovanje uzoraka i sinteriranje također je obavio proizvođač; Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, SAD.

B) Aluminij nitridna keramika

Detaljni podaci o kemijskom sastavu aluminij nitridne keramike nisu bili dostupni, ali prema proizvođaču (Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, SAD), radi se o visokočistoj keramici, sa zanemarivim udjelima nečistoća i njihovim potencijalnim utjecajem na svojstva.

4.1. MIKROSTRUKTURA ISPITIVANIH UZORAKA – KERAMOGRAFSKA ANALIZA

A) Priprema uzoraka za keramografiju

Uzorci aluminij nitridne i aluminij oksidne keramike za keramografiju pripremaju se (do faze nagrizanja) na jednak način, detaljno opisan u nastavku.

Zalijevanje uzoraka

Za zalijevanje uzoraka korištena je masa „Acry Fix Kit“, s vremenom skrućivanja cca. 9 - 11 min. Prije zalijevanja uzorka masa se miješa ~ 1 min i nakon skrućivanja odnosno vađenja iz kalupa zaliveni uzorci peru se vodom.

Brušenje (Diamond Grinding Disc)

Prvi dio brušenja sastoji se od tri koraka, odnosno triju dijamantnih brusnih ploča različitih granulacija i to:

1. grit 120 (veličina čestica 181 μm),
2. grit 220 (veličina čestica 65 μm),
3. grit 600 (veličina čestica 20 μm).

Broj okretaja brusnih ploča je približno 300 okretaja u minuti. Prije stavljanja ploča se prvo navlaži, zatim se uključi rotacija i kreće se s brušenjem sve dok se ne dobije željena ravnina. Nakon završene prve faze brušenja, uzorak se ispiru vodom uz mali dodatak deterdženta za posuđe i zatim brusi na isti način brusnom pločom finije granulacije.

Nakon brusnih ploča slijedi brušenje papirom (brusno sredstvo je SiC finoće 1200; 2400 i 4000) oko 1 minutu po jednom brusnom papiru. Jednim papirom mogu se brusiti najviše dva uzorka. Nakon druge faze brušenja slijedi poliranje.

Poliranje

1. Stupanj: poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 6 μm ,

- Podloga DP-Mol
- Lubrikant BLUE
- Vrijeme do 5 min. ovisno o veličini uzorka.

2. Stupanj: poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 3 μm ,

- Podloga, lubrikant i vrijeme isto isto kao u prvom stupnju.

3. Stupanj: poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 1 μm ,

- Ovaj stupanj provodi se po potrebi jer je uzorak dovoljno dobar i s drugim stupnjem odnosno sa 3 μm .
- Podloga OP Chem , a vrijeme je od 2 do 5 min.

Napomena: poslije svakog stupnja potrebno je uzorak dobro oprati vodom i deterdžentom.

B) Određivanje veličine zrna

Nakon poliranja, a u svrhu određivanja veličine zrna, uzorci obje vrste keramike podvrgavaju se nagrivanju. Nagrivanjem se postiže bolja uočljivost granica pojedinih zrna. Kako bi pripremljeni uzorci uopće mogli biti podvrgnuti nagrivanju, nužno je prethodno osloboditi ih mase u koju su bili zaliveni prije brušenja.

Ravnajući se prema preporuci iz knjige R. E. Chinna [21], aluminij oksidna keramika je podvrgnuta toplinskom, a aluminij nitridna kemijskom nagrivanju;

- toplinsko nagrivanje aluminij oksidne keramike provedeno je na temperaturi od 1500 °C, u trajanju od 30 minuta, uz postepeno grijanje i hlađenje.
- kemijsko nagrivanje aluminij nitridne keramike provedeno je kuhanjem uzorka u mješavini nitrata i octene kiseline (u omjeru 1:1), u trajanju od 35 minuta.

Optičkim mikroskopom (Olympus BH i Olympus GX51) promatrana je i, u slučaju aluminij oksidne keramike, snimljena mikrostruktura. Prosječna veličina zrna aluminij oksidne keramike određena je metodom kruga i metodom crta, [22]. Pomoću programa Analysis Materials Research Lab potvrđena je prosječna veličina zrna, te je određena minimalna i maksimalna veličina zrna. Mikrostruktura je promatrana pretražnim elektronskim mikroskopom i mikroskopom atomskih sila.

Metoda kruga – aluminij oksidna keramika

Na snimci mikrostrukture nacrtan je krug promjera 5 cm pa je određena površina kruga:

$$F_k = \frac{50^2 \cdot \pi}{4} = 1962,5 \text{ mm}^2 \quad (6)$$

Izbrojena su zrna koja se cijelom svojom površinom nalaze unutar kruga ($z = 41$). Zatim su izbrojena zrna koja su presječena kružnicom ($n = 21$) i pomnožena Oertelovim faktorom 0,67. Ovo znači da se smatra da je 67 % zrna presječenih kružnicom unutar kruga. Pri poznatom povećanju ($V = 250$) izračunata je prosječna veličina zrna po sljedećoj jednadžbi:

$$F_m = \frac{F_k \cdot 10^6}{(0,67 n + z) \cdot V^2} (\mu m^2) \quad (7)$$

gdje je: F_k - površina kruga u mm^2 ,

z - broj zrna koja se cijelom svojom površinom nalaze unutar kruga,

n - broj zrna koja su presječena kružnicom,

V – povećanje.

$$F_m = \frac{1962,5 \cdot 10^6}{(0,67 \cdot 21 + 41) \cdot 250^2} = 129,90 \mu m^2 \quad (8)$$

Iz prosječne površine zrna određen je promjer zrna d :

$$d_{\text{zrna}} = \sqrt{\frac{129,90 \cdot 4}{\pi}} = 12,86 \mu m \quad (9)$$

Metoda crte – aluminij oksidna keramika

Kod metode crte na snimci je nacrtano pet paralelnih linija od kojih je svaka dužine $L=70$ mm. Zatim su izbrojena zrna koja svaka od linija potpuno presjeca, na to je dodano prvo zrno koje je dijelom presječeno a zadnje je izostavljeno ($z = 9+11+12+12+10=54$). Ako je p broj linija ($p = 5$), a V povećanje ($V = 250$), tada se srednji promjer zrna d dobije prema sljedećoj jednadžbi:

$$d = \frac{L \cdot p \cdot 10^3}{z \cdot V} (\mu\text{m}) \quad (10)$$

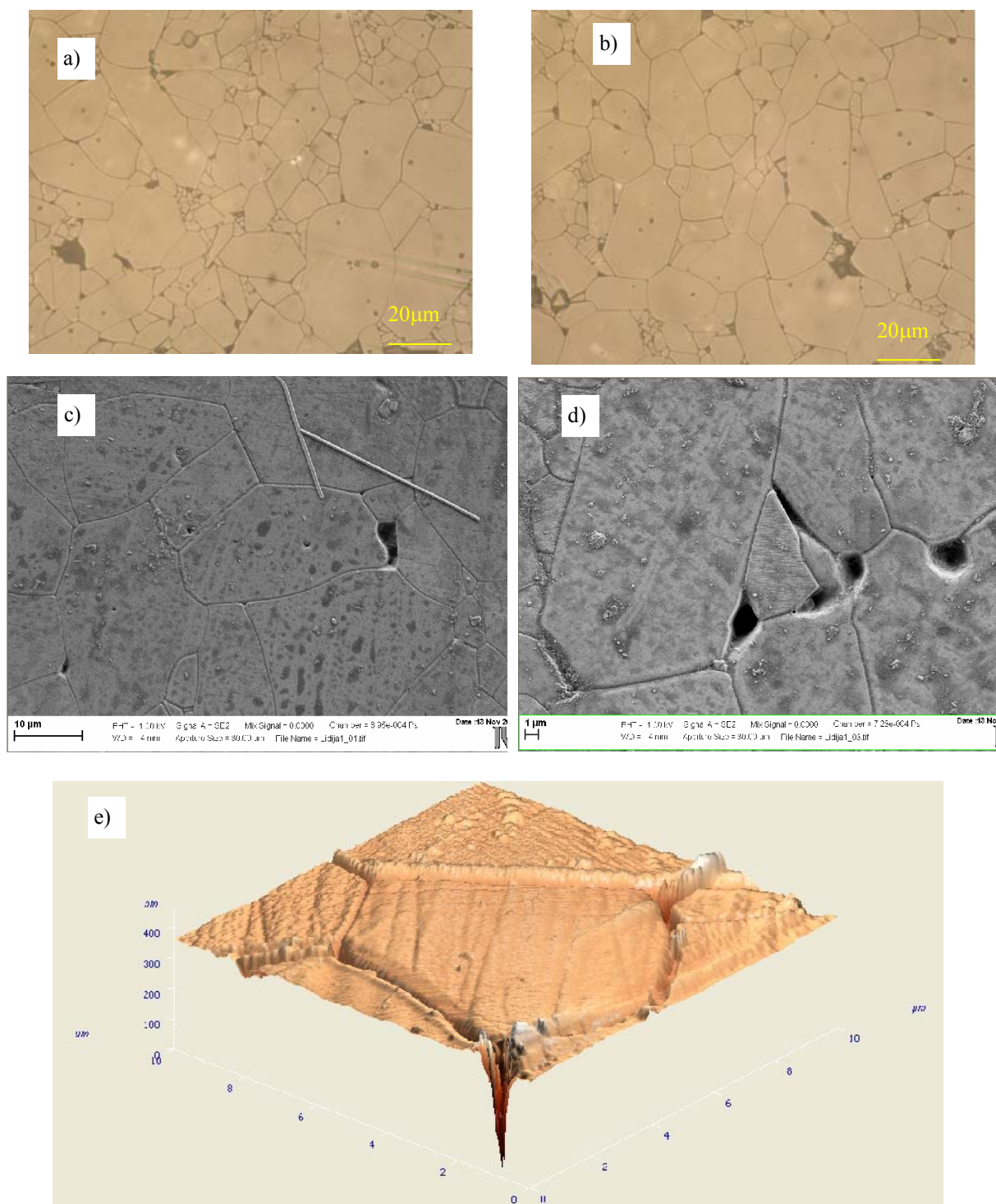
$$d = \frac{70 \cdot 5 \cdot 10^3}{54 \cdot 250} = 12,96 \mu\text{m} \quad (11)$$

Program Analysis Materials Research Lab – aluminij oksidna keramika

Pomoću programa Analysis Materials Research Lab određeni su sljedeći parametri:

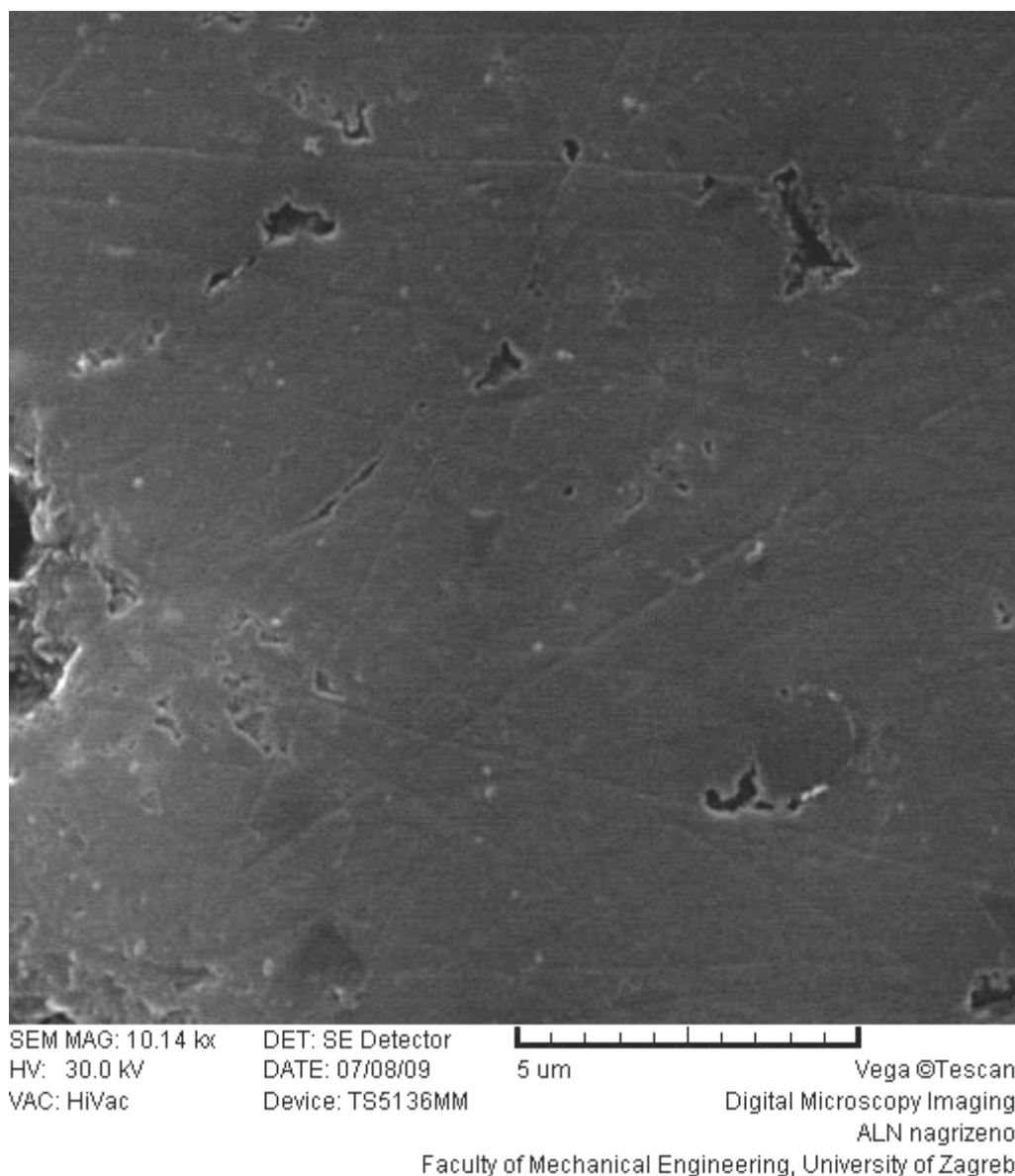
- prosječna veličina zrna: 9,10 μm ,
- minimalna veličina zrna: 0,62 μm ,
- maksimalna veličina zrna: 40,57 μm ,
- broj analiziranih zrna: 583.

Optičkim mikroskopom (slika 15a i 15b), pretražnim elektronskim mikroskopom (slika 15c i 15d) i mikroskopom atomskih sila (slika 15e) promatrana je mikrostruktura aluminij oksidne keramike uz različito povećanje. Na snimkama su jasno vidljiva zrna Al_2O_3 i granice zrna. Zrna su dosta nepravilnog oblika i različite veličine. Prosječna veličina zrna aluminij oksidne keramike određena metodom kruga i metodom crte iznosi cca 12,9 μm . Vrijednosti veličine zrna metodom kruga i metodom crte su veće u odnosu na veličinu zrna pomoću programa Analysis Materials Research Lab. Rezultati dobiveni pomoću programa Analysis Materials Research Lab su točniji zato što program u analizu uključuje daleko veći broj kristalnih zrna.



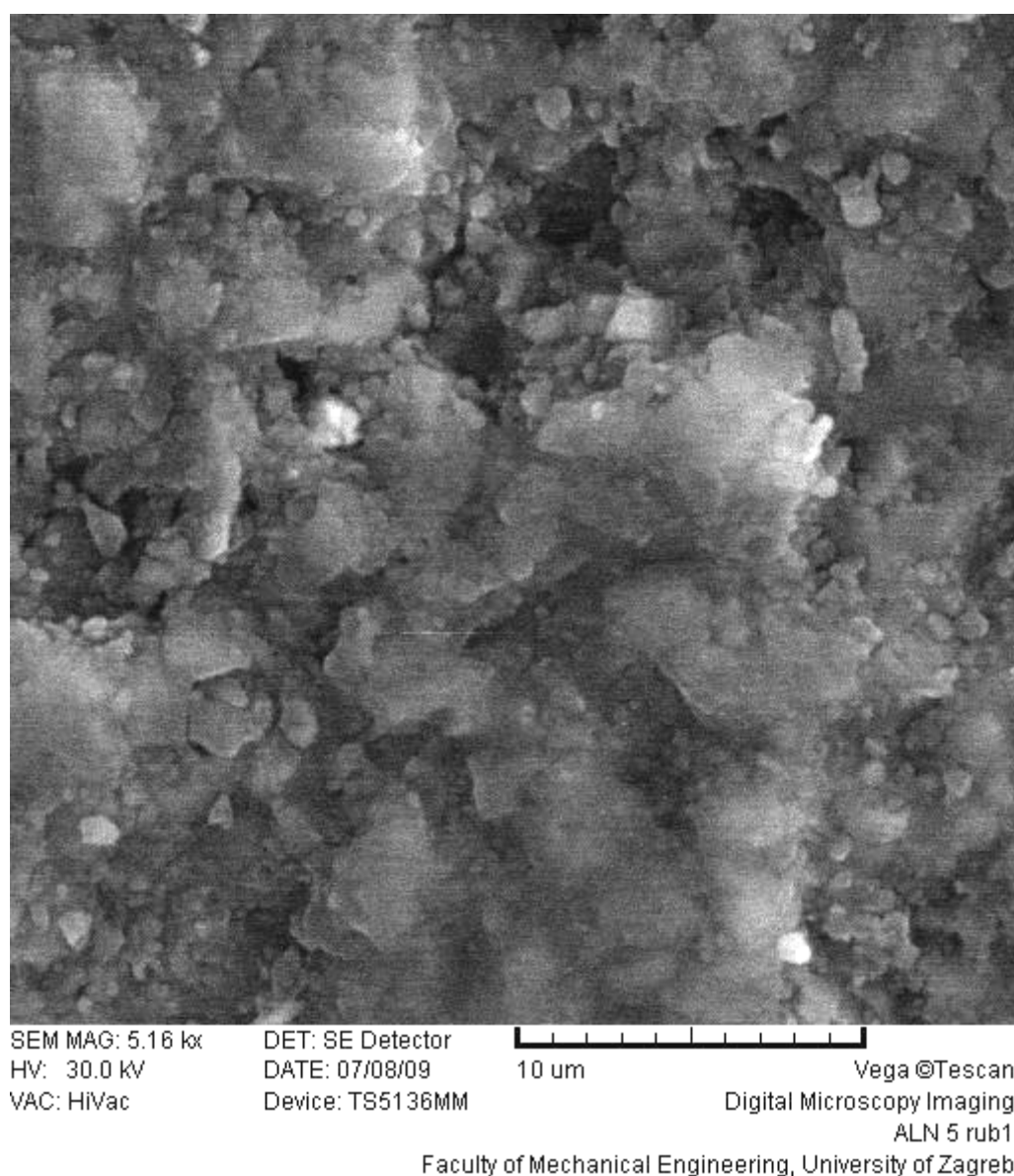
Slika 15. Mikrostruktura aluminij oksidne keramike promatrana optičkim mikroskopom (a i b), pretražnim elektronskim mikroskopom (c i d), te mikroskopom atomski sila (e).

U slučaju aluminij nitridne keramike, svim dostupnim metodama, bilo je nemoguće odrediti veličinu zrna – unatoč produženom trajanju kemijskog nagrivanja (35 minuta, dok je preporučeno 15-30 minuta) granice zrna na pripremljenoj (i, u svrhu vodljivosti, zlatom naparenoj) površini nisu došle do izražaja niti korištenjem pretražnog elektronskog mikroskopa i uvećanja od $\sim 10\,000\times$.



Slika 16. Keramografski pripremljena površina aluminij nitridne keramike pri uvećanju ~ 10000 puta, promatrana pretražnim elektronskim mikroskopom

Slika 16 prikazuje keramografski pripremljenu površinu uzorka aluminij nitridne keramike, gdje su vidljivi tek risovi od brušenja i poroznost, vjerojatno nastala u samoj proizvodnji.



Slika 17. Lomna površina aluminij nitridne keramike pri uvećanju od ~5000 puta, promatrana pretražnim elektronskim mikroskopom

Slika 17 i pri uvećanju od ~5000 puta otkriva pojedinačna zrna, ali budući da se radi o neravnoj lomnoj površini, keramografska analiza nije bila moguća. Moguća je tek gruba procjena veličine zrna na temelju mjerila danog na samoj slici. Usporedbom slike 15 i slike 17 (i priloženog mjerila), lako je zaključiti kako su zrna ispitivane aluminij nitridne keramike značajno sitnija od zrna aluminij oksidne keramike.

Zbog premalog broja dostupnih uzoraka, a u svrhu iscrpne keramografske analize, nije bilo moguće eksperimentirati s drugim metodama nagrizanja (kemijskog nagrizanja s drugim kiselinama ili kombinacije toplinskog i kemijskog nagrizanja).

4.2. PREGLED MEHANIČKIH SVOJSTAVA ISPITIVANIH VRSTA KERAMIKE

Usporedni pregled važnijih mehaničkih svojstava aluminij nitridne i aluminij oksidne keramike dan je u tablici 2.

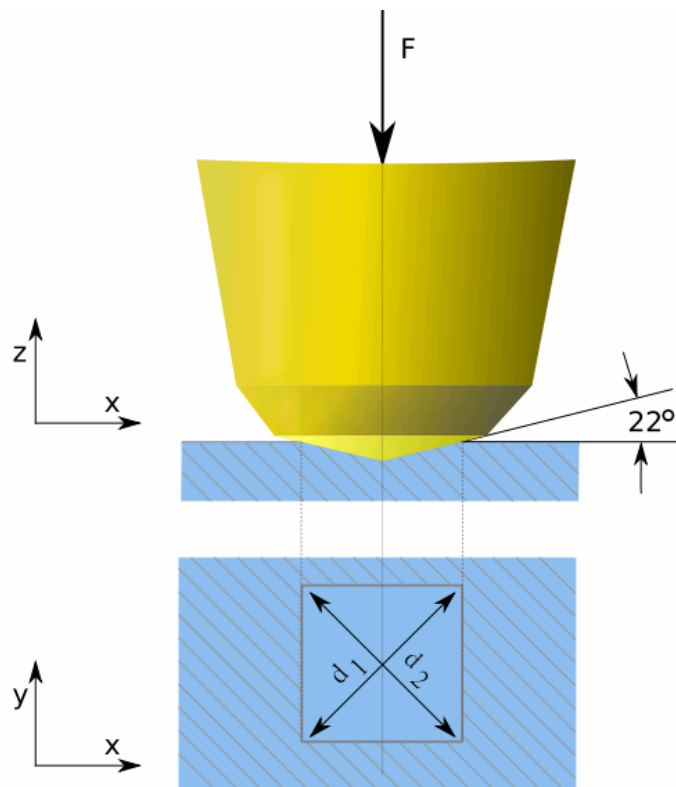
Tablica 2. Pregled mehaničkih svojstava ispitivanih vrsta keramike, [23, 24, 25]

SVOJSTVO	AlN	Al ₂ O ₃
Gustoća, ρ [kg/m ³]	3260	3980
Tvrdoća, HV1	1173	1811
Youngov modul elastičnosti, E [N/mm ²]	308000	386000
Savojna čvrstoća, R_{ms} [N/mm ²]	400	380
Tlačna čvrstoća, R_{mt} [N/mm ²]	1500 - 4000	1300 - 4000
Lomna žilavost, K_{IC} [Nmm ^{-3/2}]	95 - 126	126 - 158
Modul smičnosti, G [N/mm ²]	127000 - 130000	150000 - 169000

Sve vrijednosti (osim tvrdoće aluminij nitridne keramike) navedene u Tablici 2, preuzete su iz navedenih izvora. Vrijednost tvrdoće aluminij oksidne keramike dobivena je direktnim laboratorijskim ispitivanjem na Fakultetu strojarstva i brodogradnje i preuzeta je iz rada [24], dok je tvrdoća aluminij nitridne keramike mjerena za potrebe ovoga rada.

Na jednom od uzoraka aluminij nitridne keramike, na 5 različitih pozicija utiskivana je dijamantna piramida silom od 9,81 N, u trajanju od 15 sekundi. Srednje vrijednosti duljina nastalih dijagonala, uvrštavanjem u jednadžbu (12), omogućile su izračun vrijednosti tvrdoće za svaku poziciju otiska (tablica 3).

$$HV \approx 0,1891 F / d^2 \quad (12)$$



Slika 18. Skica indentora i karakteristika otiska, [26]

Slikom 18 dan je prikaz karakteristika otiska što ga, utiskivanjem u površinu, ostavlja piramidalni dijamantni indenter.

Tablica 3. Izmjerene vrijednosti tvrdoće aluminij nitridne keramike

Točke mjerjenja	1	2	3	4	5	\bar{X}
HV1	1189	1171	1159	1159	1189	1173

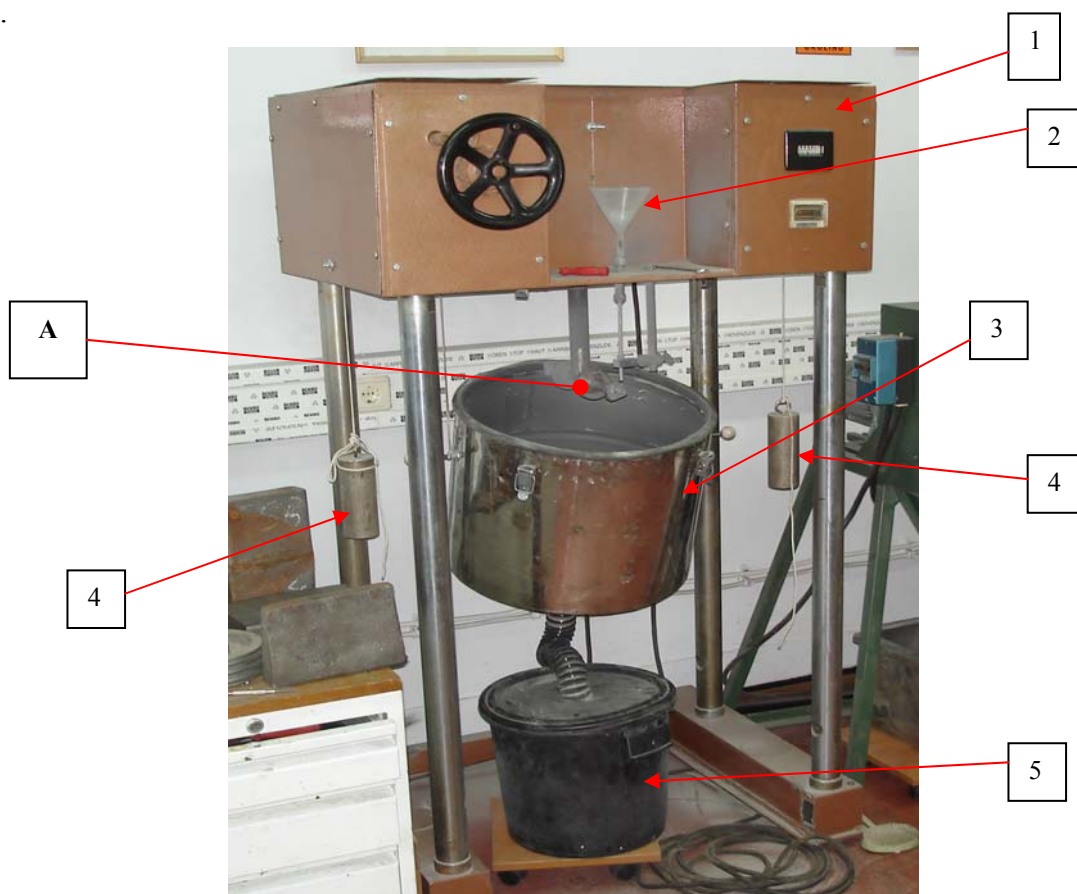
U tablici 3 dan je pregled dobivenih vrijednosti tvrdoće na svih pet pozicija utiskivanja indentora, te prosječna vrijednost, kojom je u konačnici i izražena tvrdoća ove vrste keramike.

5. ISPITIVANJE EROZIJSKE OTPORNOSTI U OVISNOSTI O KUTU UPADA ČESTICA ERODENTA

5.1. OPREMA

Kako za ispitivanje erozijske otpornosti nekog materijala (u ovom slučaju, tehničke keramike) ne postoji neka standardizirana metoda, svaki laboratorij za takva tribološka ispitivanja koristi svoju metodu i aparaturu. Bitno je da se u procesu ispitivanja uzorak ispitivanog materijala može podvrgnuti eroziji krutim česticama, poželjno pod različitim kutovima, te da se na kraju ispitivanja mogu uspoređivati podaci o gubitku mase samog uzorka, ili prirastu mase erodenta (npr. pijeska) koji skida i odnosi materijal s površine uzorka.

U slučaju ispitivanja erozijske otpornosti nekog materijala, u Laboratoriju za tribologiju, Fakulteta strojarstva i brodogradnje, u Zagrebu, korišten je uređaj prikazan na slici 19.

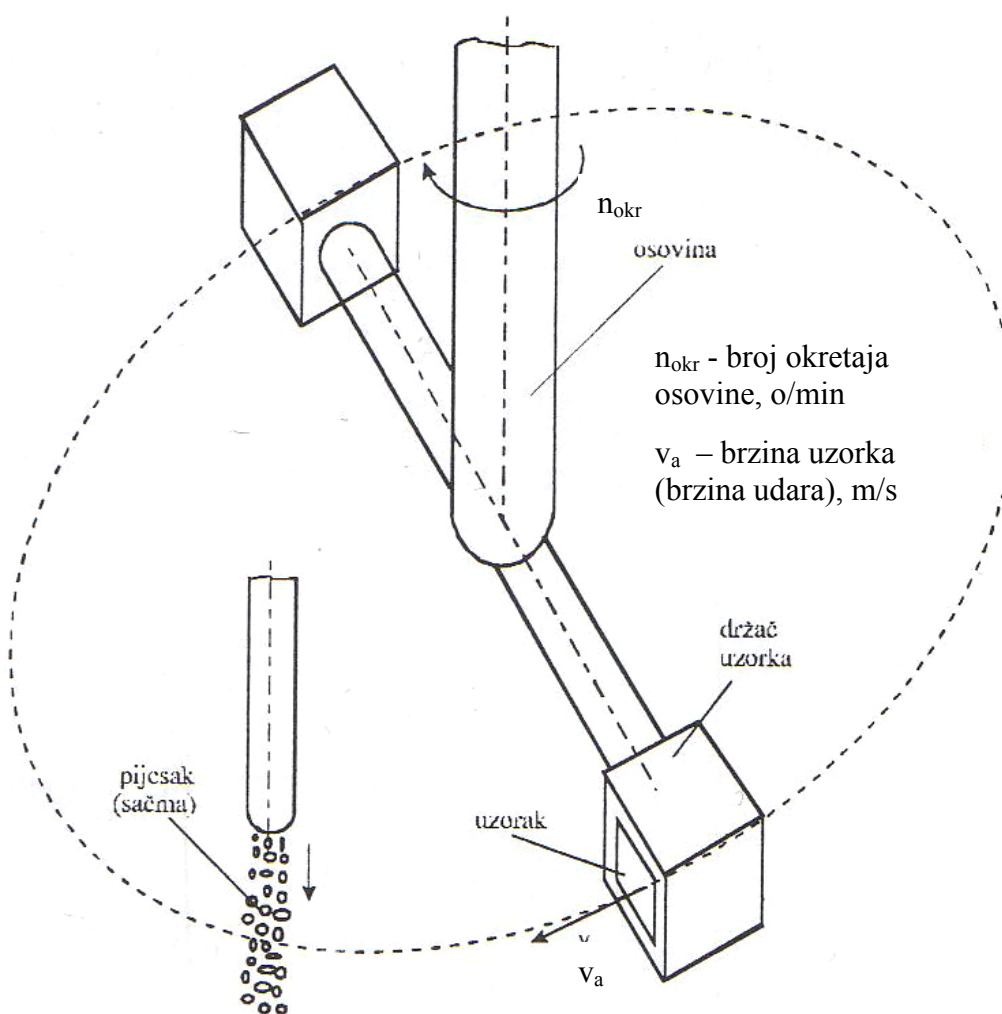


Slika 19. Uređaj za ispitivanje erozijske otpornosti

Osnovni elementi uređaja za ispitivanje otpornosti na eroziju, prema slici, su :

- 1 – kućište elektromotora sa prekidačima,
- 2 – lijevak za dovod pijeska (erodenta),
- 3 – zaštitni bubanj s odvodom pijeska,
- 4 – utezi za pridržavanje bubnja,
- 5 – spremnik već korištenog pijeska,

A – detalj prikazan na slici 20 prikazuje osovinu i nosače uzoraka te njihovu putanju kroz mlaz erodenta.



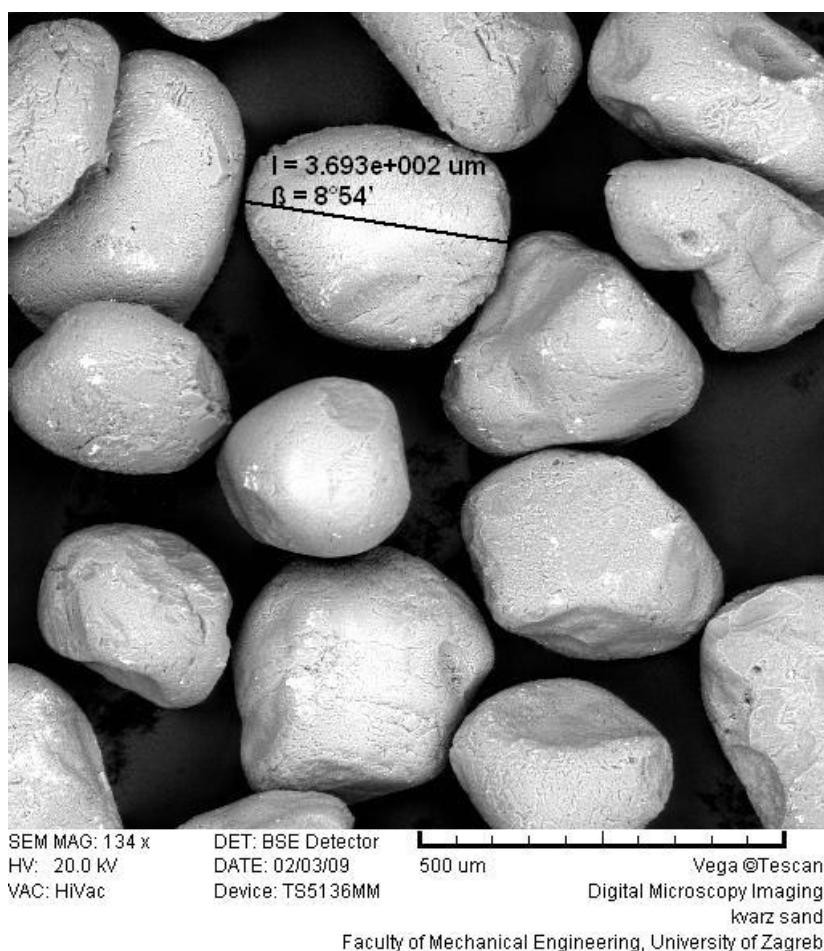
Slika 20. Detalj A sa slike 19, [27]

Upravo rotacijom uglavljenih uzoraka osigurava se dovoljna brzina udara čestica o površinu, a da se ne koristi neki prijenosni medij (fluid) pod tlakom.

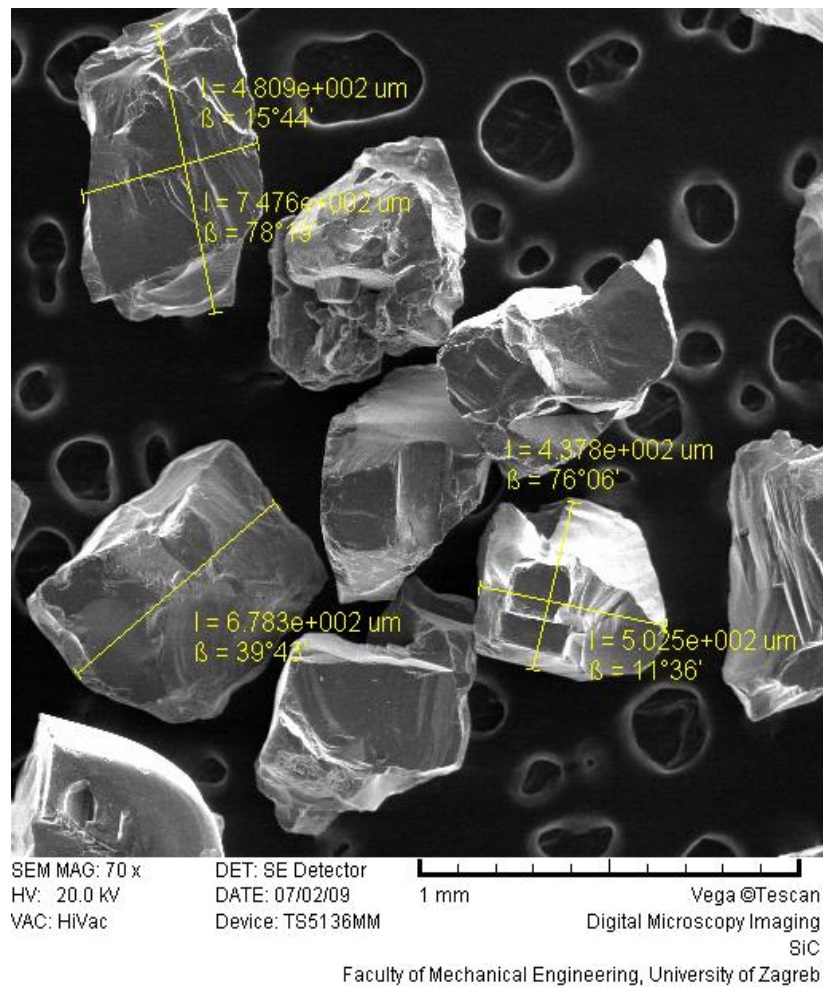
5.2. TIJEK ISPITIVANJA

Parametri ispitivanja:

- Erodent: silicij oksidni (slika 21) i silicij karbidni pijesak (slika 22)
- Brzina vrtnje: 1440 min^{-1} ,
- Brzina uzorka: $24,3 \text{ m/s}$,
- Vrijeme trajanja ispitivanja: 13min 53 sec,
- Broj udara uzorka u mlaz abraziva: ~ 20000 ,
- Kutovi udara uzorka u mlaz abraziva: $90^\circ, 75^\circ, 60^\circ, 45^\circ, 30^\circ$,
- Dimenzije uzorka aluminij oksidne keramike: $\sim 20 \times 20 \times 18 \text{ mm}$ (slika 23),
- Dimenzije uzorka aluminij nitridne keramike: $\sim 15 \times 15 \times 5 \text{ mm}$ (slika 23).



Slika 21. Zrnca silicij oksidnog (kvarcnog) pijeska snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom



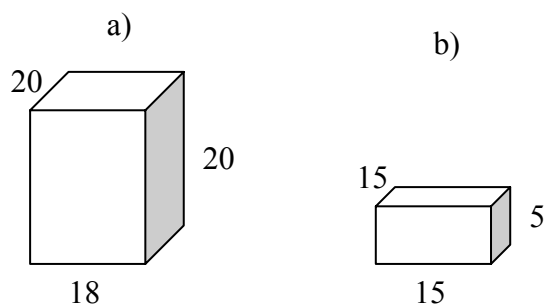
Slika 22. Zrnca silicij karbidnog pijeska snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom

Sa slika 21 i 22 vidljiva je razlika u veličini i samoj geometriji zrnaca ovih dviju vrsta pijeska (erodenata). Dok su zrnca kvarcnog pijeska obla, zrnca silicij karbidnog pijeska nešto su krupnija i oštiri su bridova.

Tablica 4. Orijentacijski pregled tvrdoća erodenata i ispitivanih vrsta keramike, [28, 29]

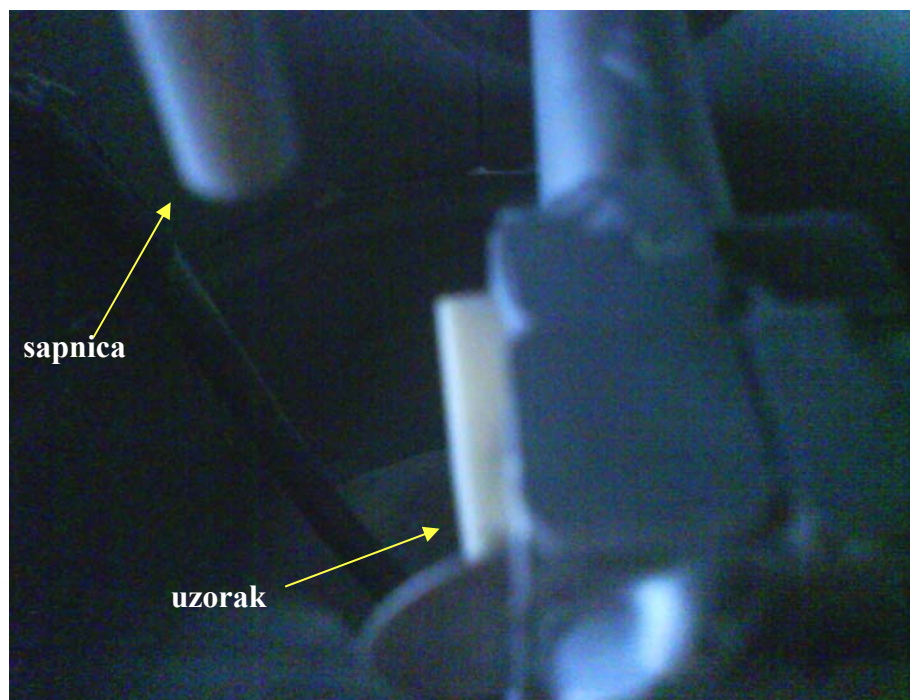
	HV1	Mohs
SiC	~2800	9,2 – 9,5
SiO ₂	~1150	7
Al ₂ O ₃	1811	9
AlN	1173	7

U tablici 4 dan je orijentacijski pregled vrijednosti tvrdoće za korištene erodente i ispitivane vrste keramike.



Slika 23. Prikaz dimenzija uzoraka (u mm): a) aluminij oksidne i b) aluminij nitridne keramike

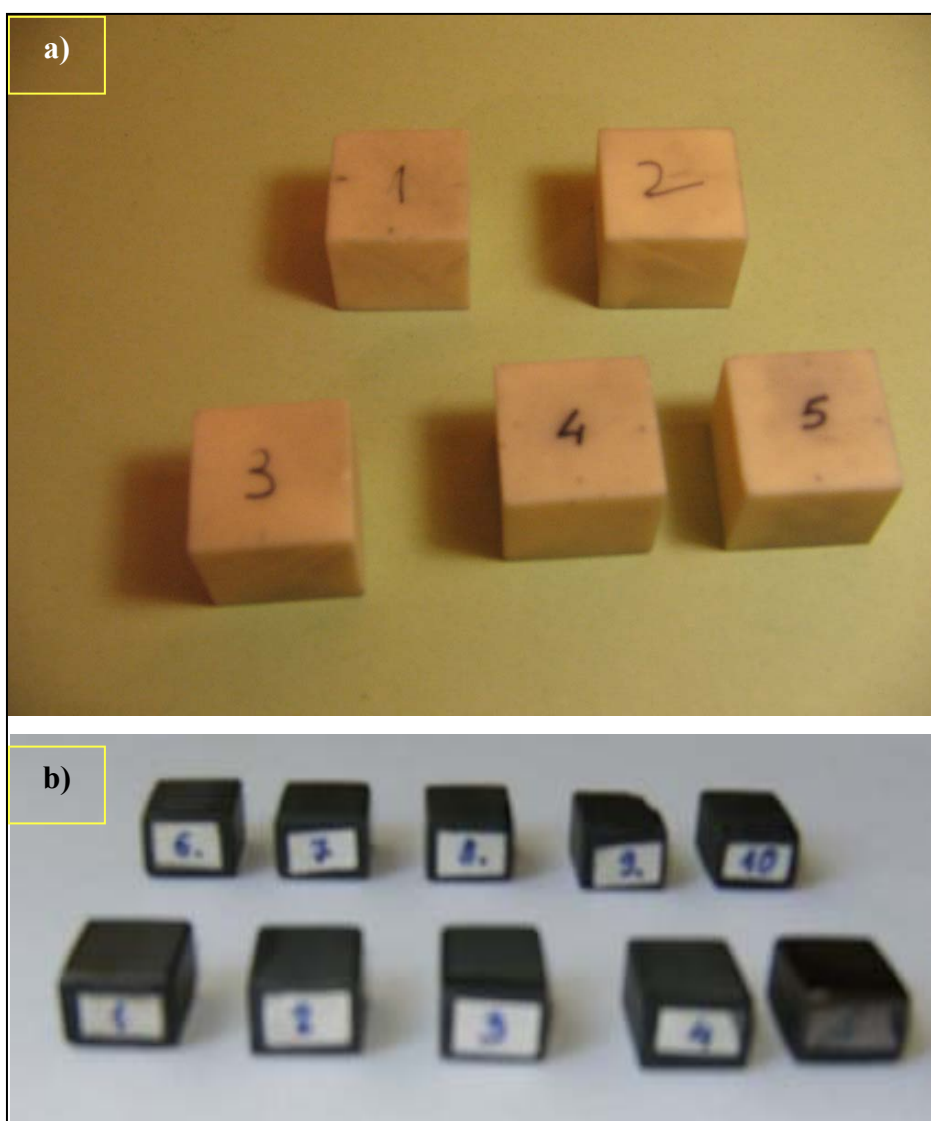
Uzorci su u uređaju za ispitivanje erozijske otpornosti učvršćivani u, za njih predviđene držače (slika 20). Po dva su uzorka ispitivana istovremeno pri jednakim uvjetima trošenja (pri jednakom kutu upada čestica). Stavljanjem uređaja u pogon, pijesak počinje curiti iz sapnice, kroz čiji mlaz uzorci prolaze pod zadanim kutom (slika 24). Za svaki novi kut, mlazu se izlaže neerodirana površina uzorka.



Slika 24. Nosač s uzorkom i sapnica za pijesak

Slika 24 prikazuje uzorak učvršćen u držaču i sapnicu ispod koje uzorak prolazi (u ovom slučaju pri kutu udara od 90°). U trenutku snimanja ove fotografije (iz sigurnosnih razloga) uređaj nije bio u pogonu pa niti mlaz pijeska na slici 24 nije vidljiv.

Kako se erozijska otpornost određuje posredno - preko gubitka mase, bilo je potrebno prije i poslije svakog ciklusa utvrditi točnu masu ispitivanih uzoraka. Snimka ispitivanih uzoraka obiju vrsta keramike prikazana je u nastavku, slikom 25.



Slika 25. Uzorci korišteni u ispitivanjima: a) aluminijska oksidna i b) aluminijska nitridna keramika

5.3. REZULTATI ISPITIVANJA

U sljedećim tablicama uneseni su rezultati vaganja uzoraka u toku ispitivanja erozijske otpornosti obiju vrsta ispitivanih keramika. Prije ispitivanja, te nakon svakog novog kuta upada čestica erodenta mjerena je masa uzoraka. Kako su istovremeno ispitivana po dva uzorka u identičnim uvjetima, dijagrami u nastavku rađeni su na temelju srednjih (prosječnih) vrijednosti gubitaka mase za svaki kut.

Tablica 5. Gubitak mase uzoraka aluminij oksidne keramike erodiranih sa silicij oksidnim pijeskom pri različitim kutovima upada

Al₂O₃ ERODIRAN S SiO₂					
KUT	30°	45°	60°	75°	90°
Δm_1 [g]	0,0009	0,002	0,0038	0,004	0,0053
Δm_2 [g]	0,0007	0,0014	0,004	0,0053	0,0052
Δm_{sr} [g]	0,0008	0,0017	0,0039	0,00465	0,00525

Tablica 6. Gubitak mase uzoraka aluminij oksidne keramike erodiranih sa silicij karbidnim pijeskom pri različitim kutovima upada

Al₂O₃ ERODIRAN S SiC					
KUT	30°	45°	60°	75°	90°
Δm_1 [g]	0,0121	0,0495	0,0541	0,0889	0,0956
Δm_2 [g]	0,0143	0,051	0,0505	0,0873	0,0951
Δm_{sr} [g]	0,0132	0,05025	0,0523	0,0881	0,09535

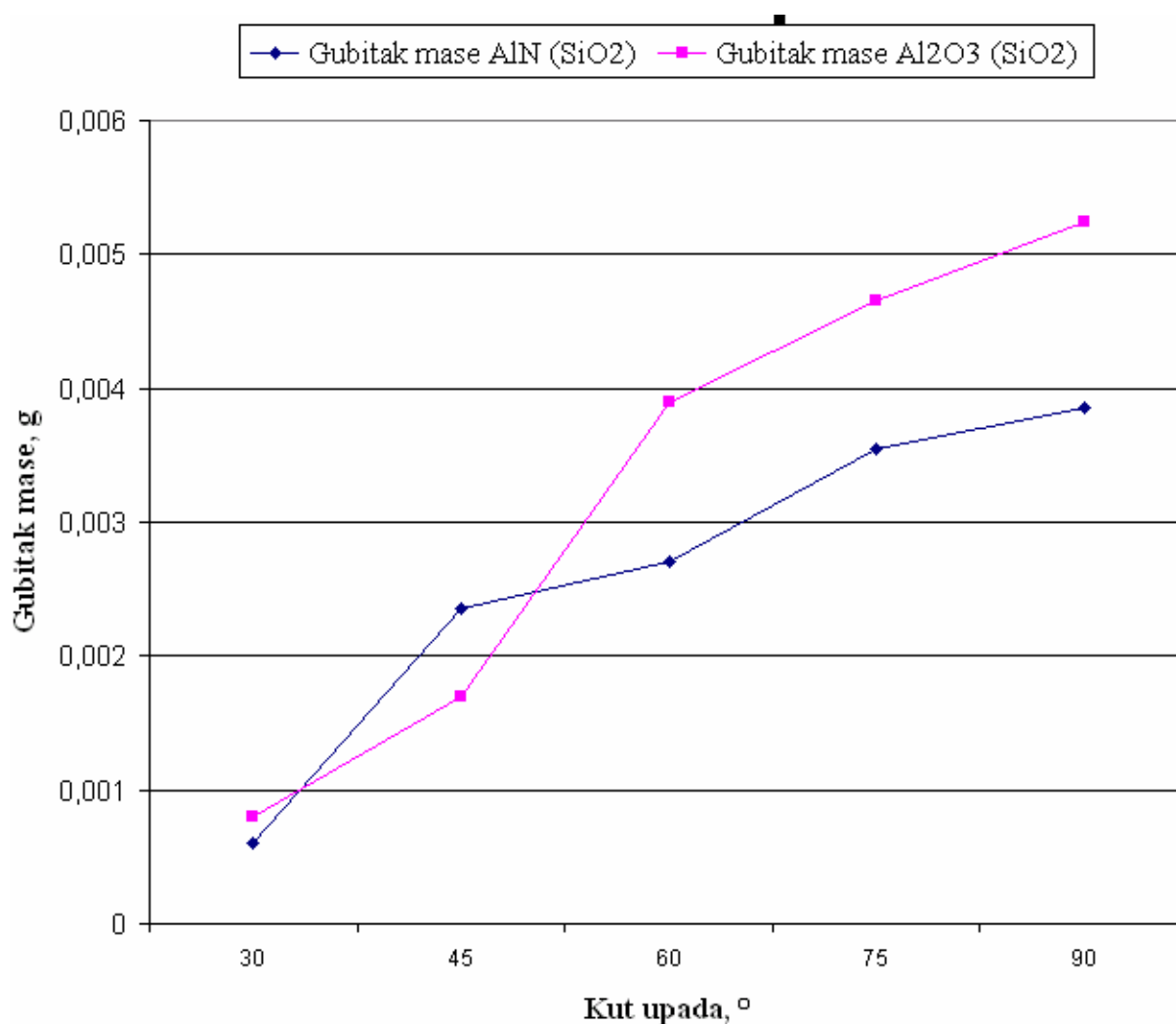
Tablica 7. Gubitak mase uzoraka aluminij nitridne keramike erodiranih sa silicij oksidnim pijeskom pri različitim kutovima upada

AlN ERODIRAN S SiO ₂					
KUT	30°	45°	60°	75°	90°
Δm_1 [g]	0,0008	0,0017	0,0026	0,0034	0,0034
Δm_2 [g]	0,0004	0,003	0,0028	0,0037	0,0043
Δm_{sr} [g]	0,0006	0,00235	0,0027	0,00355	0,00385

Tablica 8. Gubitak mase uzoraka aluminij nitridne keramike erodiranih sa silicij karbidnim pijeskom pri različitim kutovima upada

AlN ERODIRAN S SiC					
KUT	30°	45°	60°	75°	90°
Δm_1 [g]	0,0018	0,0176	0,0466	0,0692	0,0739
Δm_2 [g]	0,0033	0,0212	0,0475	0,0597	0,0724
Δm_{sr} [g]	0,00255	0,0194	0,04705	0,06445	0,07315

Iz danog pregleda gubitaka mase (tablice 5-8) odmah je uočljivo kako se najmanji gubici vežu uz kut upada čestica erodenta od 30°, a najveći gubici prate kut od 90° - što i odgovara ranije opisanom mehanizmu erozijskog trošenja tvrdih (krhkih) materijala. Evidentno je da je u slučaju obje vrste keramike, udarna erozija ona koja odnosi najviše materijala. Tablice 5-8 omogućile su, ujedno, i generiranje grafičkih prikaza u nastavku.

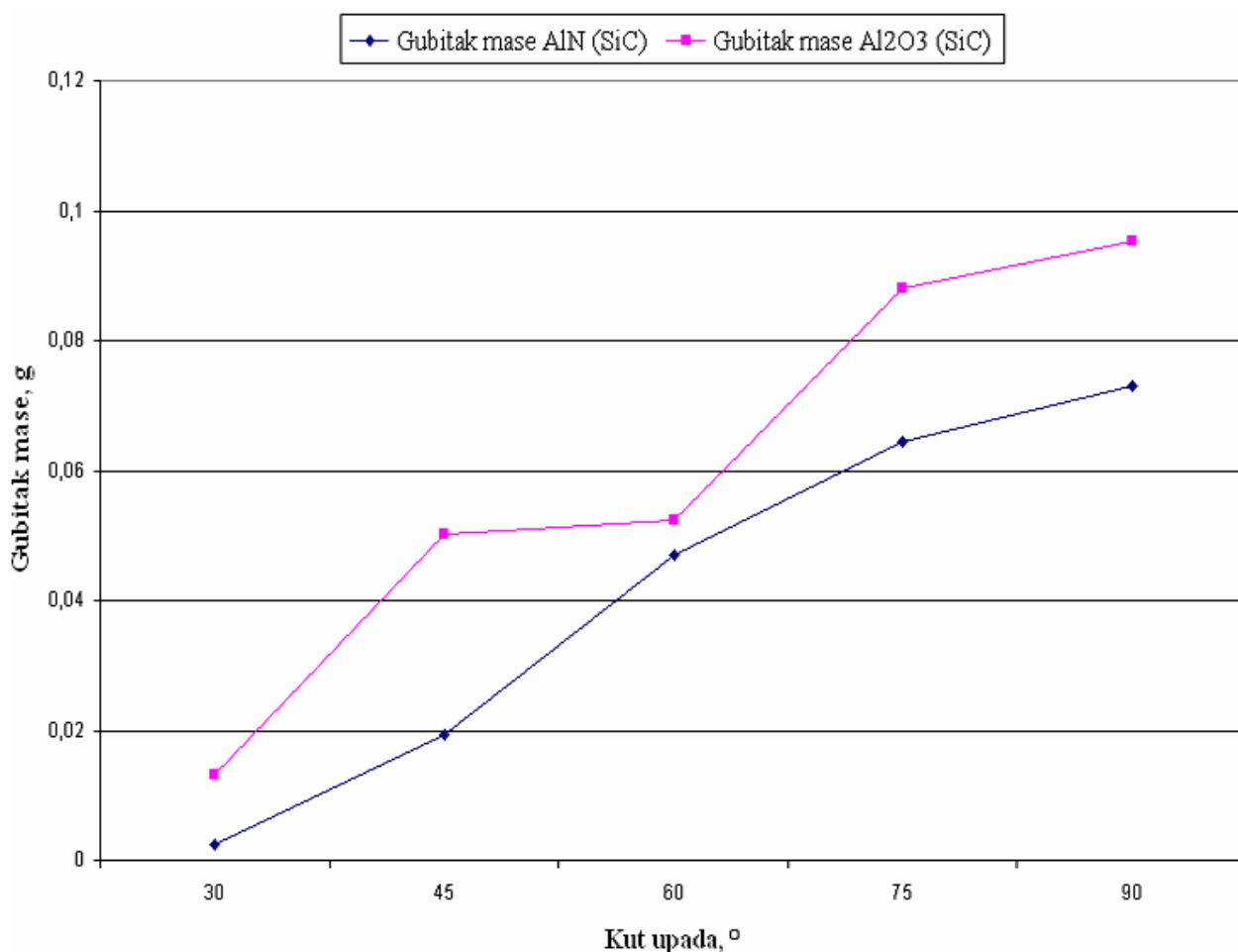


Slika 26. Dijagramski prikaz gubitaka mase ispitivanih vrsta keramike, erodiranih silicij oksidnim pijeskom, u ovisnosti o kutu upada čestica

U dijagramu danom na slici 26, do izražaja dolazi značajna razlika u gubitku mase uzoraka ispitivanih vrsta keramike pri kutu upada erodenta od 90°. Ovo pojačano trošenje aluminij oksidne keramike u odnosu na aluminij nitridnu keramiku, u slučaju najintenzivnije udarne erozije, može se pripisati upravo većoj tvrdoći aluminij oksidne keramike. Specifično je za tvrde i krhke materijale da erodiraju ponajviše udarnom erozijom, što je ovim ispitivanjem i potvrđeno. Smanjenjem tvrdoće, pada i intenzitet trošenja udarnom erozijom.

Pri kutu upada čestica erodenta od 30°, normalna komponenta sile udara čestice je značajno smanjena, pa je time gotovo zanemarivo i izbijanje zrna iz površine ispitivanih uzoraka. Pri manjim kutovima, preostaje tek abrazivna erozija, koja kod ovako tvrdih materijala, sa smanjenjem kuta upada čestica (ispod 30°), uzrokuje sve manje izražene gubitke materijala.

Ujedno, dijagram na slici 26 otkriva i činjenicu da prijelaz abrazivne u udarnu eroziju ne mora biti jednak za sve materijale; dok se za aluminijsku oksidnu keramiku značajan porast gubitka mase bilježi pri kutu upada erodenta od 45°, za aluminijsku nitridnu keramiku taj se porast bilježi tek pri kutu od 30°.



Slika 27. Dijagramski prikaz gubitaka mase ispitivanih vrsta keramike, erodiranih silicij karbidnim pijeskom, u ovisnosti o kutu upada čestica

Sa slike 27 ponovno je vidljivo kako je trošenje obiju vrsta keramike najmanje izraženo pri kutu upada čestica erodenta od 30°, a najizraženije pri kutu od 90°. Ponovno, iz gore navedenog razloga, pri kutu od 90°, aluminijska oksidna keramika se troši intenzivnije od aluminijske nitridne. Karakteristično za primijenjeni erodent – silicij karbidni pijesak, gubitak mase pri svim kutovima upada je daleko izraženiji nego u prethodnom slučaju – u slučaju silicij oksidnog pijeska (slika 26). Izraženije trošenje, bez dvojbe, može se pripisati znatno većoj tvrdoći silicijevog karbida (tablica 4). Na slici 27 može se, također, uočiti razlika u prijelazu abrazivne u udarnu eroziju jedne ispitivane keramike spram druge; prema najvećem

porastu gubitka mase (u slučaju erozije silicij karbidnim pijeskom), prijelaz abrazivne u udarnu eroziju za aluminijsku oksidnu keramiku je pri kutu upada erodenta od 30° , a za aluminijsku nitridnu pri kutu od 45° . Ova razlika u odnosu na prethodni slučaj, govori kako odstupanje prijelaza abrazivne u udarnu eroziju ne ovisi samo o ispitanom materijalu, već na njega utječe i korišteni erodent.

U oba slučaja (slika 26 i slika 27), daljnjim smanjenjem kuta upada čestica erodenta (ispod 30°), za očekivati je da bi veći gubitak mase od aluminijske oksidne bilježila aluminijska nitridna keramika. Ovo očekivanje ima uporište u činjenici da smanjenjem kuta upada čestica erodenta (ispod 30°), gubitak mase postaje moguć jedino pod utjecajem abrazivne erozije, kojoj je i podložniji duktilniji materijal (materijal manje tvrdoće)– aluminijska nitridna keramika, u ovom slučaju.

5.4. PROMJENE NA POVRŠINI

Uz analizirano osnovno ispitivanje, provedena su i pomoćna ispitivanja karakterizacije površinskih promjena na erodiranim uzorcima. Svrha uključivanja ovih dodatnih ispitivanja, na neki način, je premošćivanje nedovoljno velikog broja uzoraka (za adekvatnu statističku analizu) u osnovnom ispitivanju. Na ovaj se način, povezivanjem karakteristika površina s pojedinim fazama (kutovima) ispitivanja erozijske otpornosti, određeni mehanizmi erozijskog trošenja mogu se približiti potvrdi.

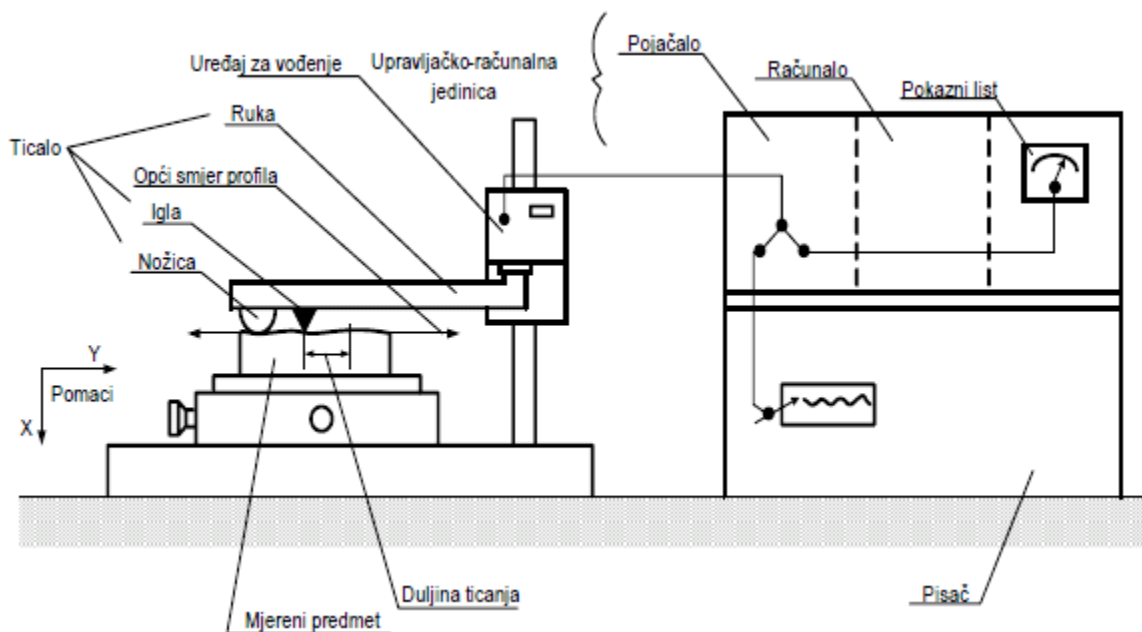
Spomenuta dodatna ispitivanja pratila su promjene u hrapavosti površine uzoraka, i to za kutove upada čestica erodenata od 30° i 90° . Ujedno, snimana je topografija tih istih površina, a u konačnici, izvršeno je i snimanje pretražnim elektronskim mikroskopom.

5.4.1. UTVRĐIVANJE HRAPAVOSTI

Hrapavost površina uzoraka ispitivanih vrsta keramike mjerena je na elektromehaničkom uređaju za ispitivanje hrapavosti površine MU2-127 (PRETHOMETER S8P) u Laboratoriju za precizna mjerenja duljina na Zavodu za kvalitetu Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Uređaj je prikazan na slici 28.



Slika 28. Uređaj za mjerenje hrapavosti i snimanje topografije površine, [30]

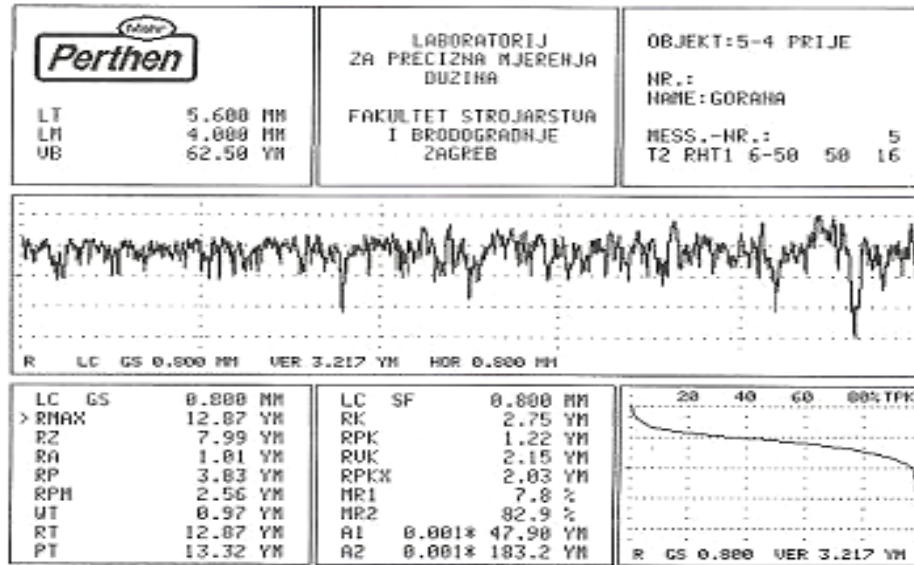


Slika 29. Shematski prikaz rada elektromehaničkog uređaja za mjerenje hrapavosti, [31]

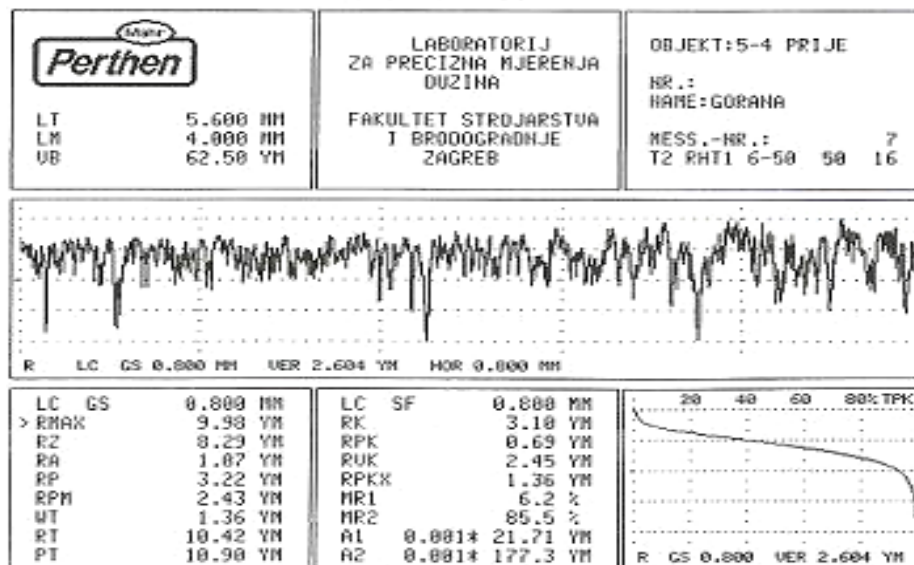
Shematski prikaz rada elektromehaničkog tipa uređaja dan je na slici 29. Uređaj za vođenje vodi iglu po površini ispitivanog uzorka, a vertikalni pomaci igle generiraju električne signale, koji se zatim pojačavaju i posredstvom računala pretvaraju u zapis koji se lako može očitati. Zapis se, osim računalno, bilježi i ispisom na traku.

Za potrebe ovoga rada, hrapavost je ispitana na površinama uzoraka obiju vrsta keramike, koje su bile podvrgnute erozijskom trošenju pri kutovima upada čestica obje vrste erodenta od 30° i 90° . U svakom od slučajeva, ticalom uređaja (slika 28 i slika 29) praćena su tri traga jednake duljine vrednovanja, te su rezultati digitalizirani i prikazani u nastavku (slike 30 – 39).

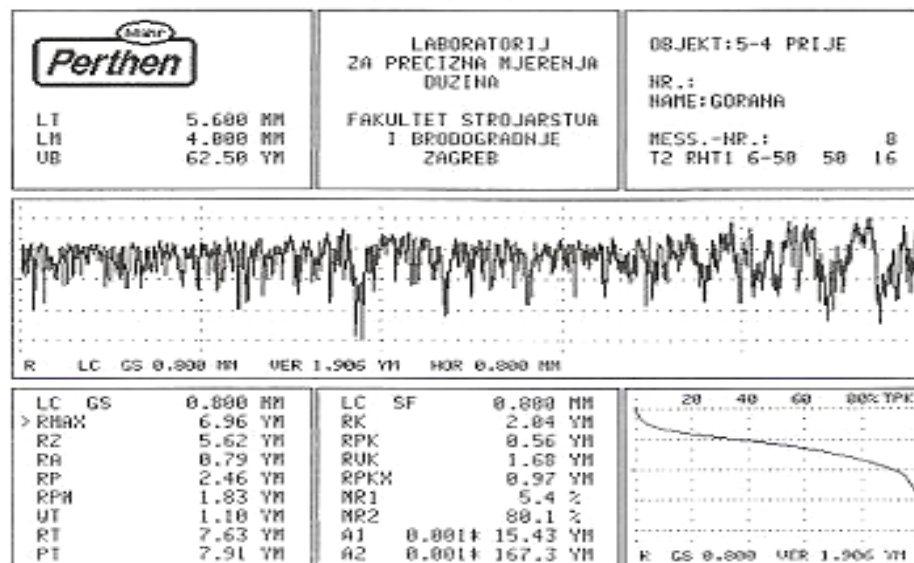
perthometer S8P 4.5



perthometer S8P 4.5

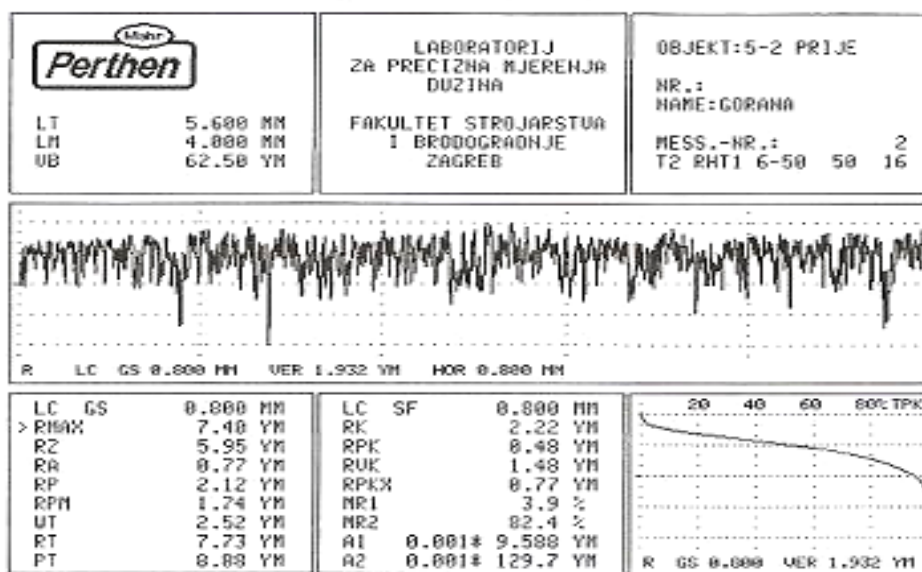


perthometer S8P 4.5

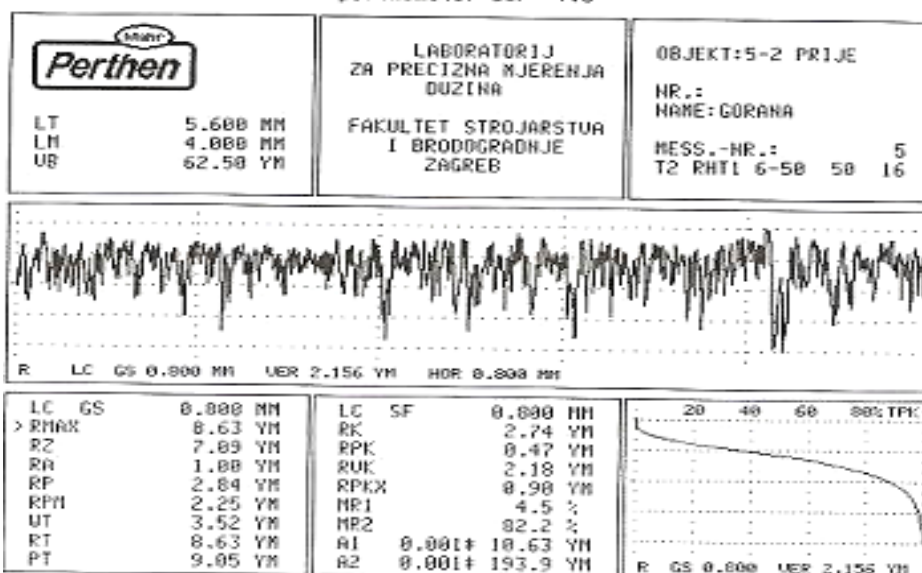


Slika 30. Hrapavost: aluminij oksidna keramika prije ikakvog trošenja

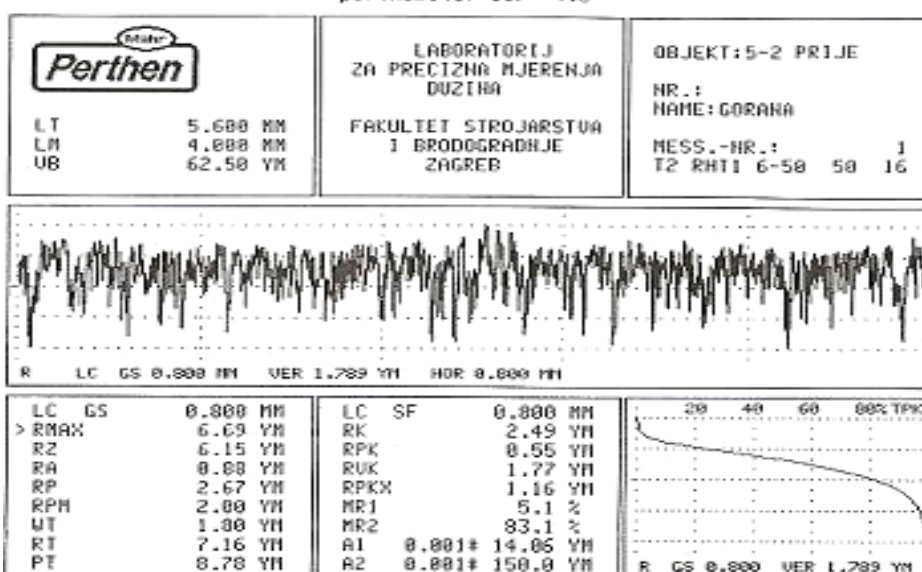
perthometer SBP 4.5



perthometer SBP 4.5

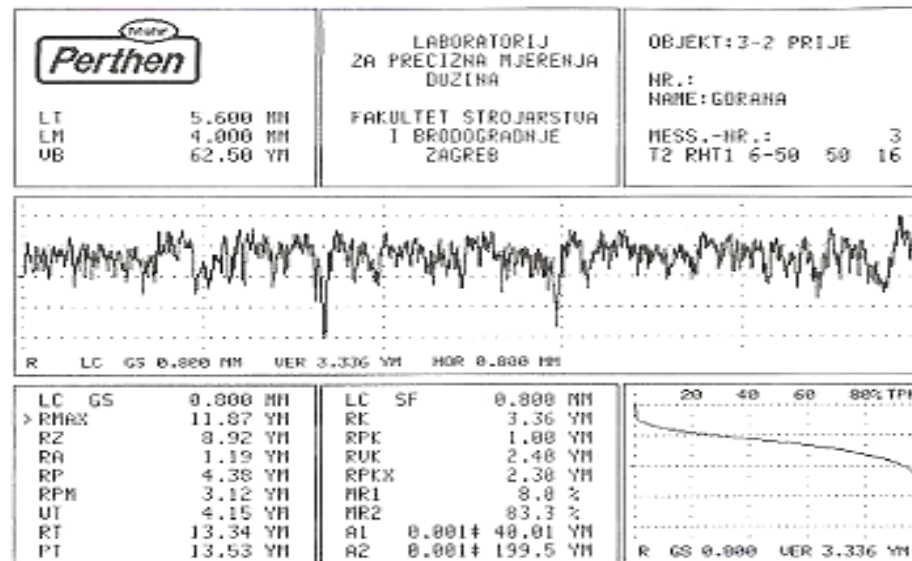


perthometer SBP 4.5

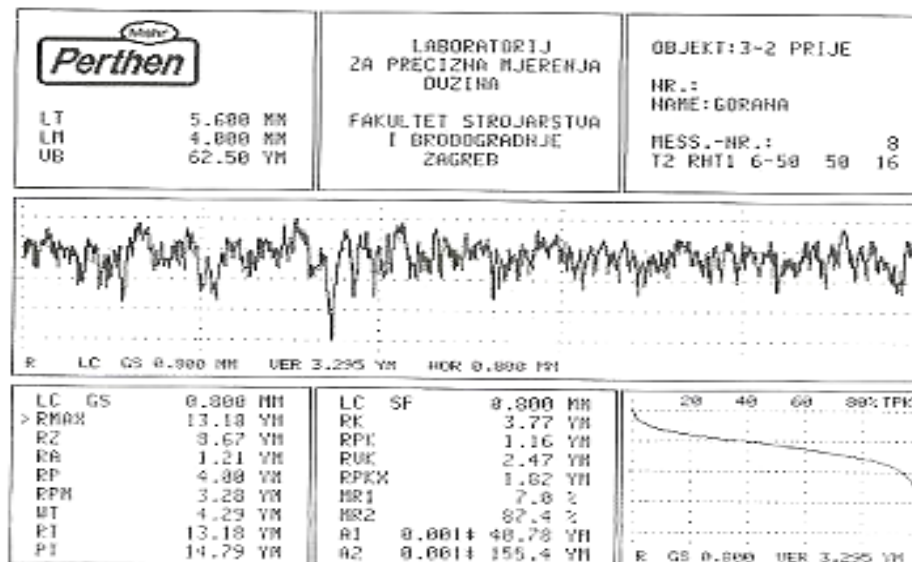


Slika 31. Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiO₂ pri 30°

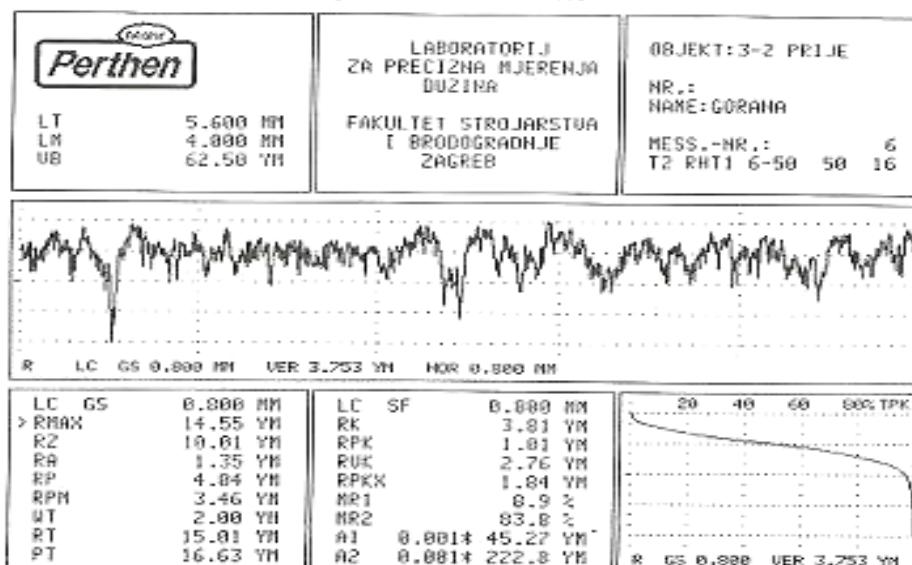
perthometer SBP 4.5



perthometer SBP 4.5

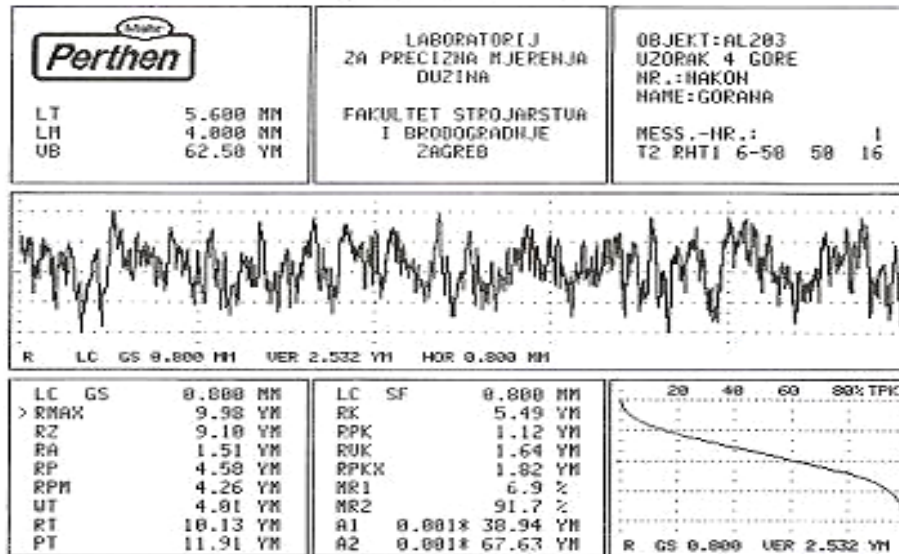


perthometer SBP 4.5

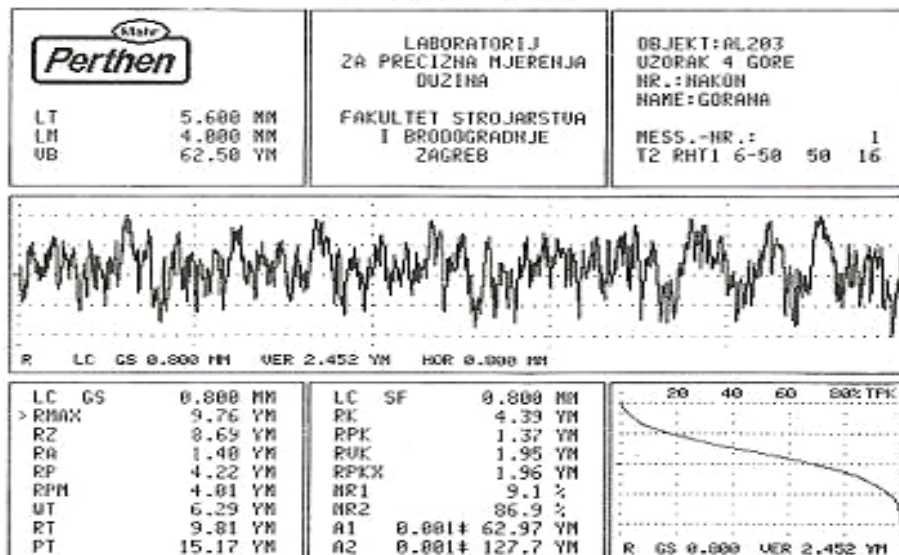


Slika 32. Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiO₂ pri 90°

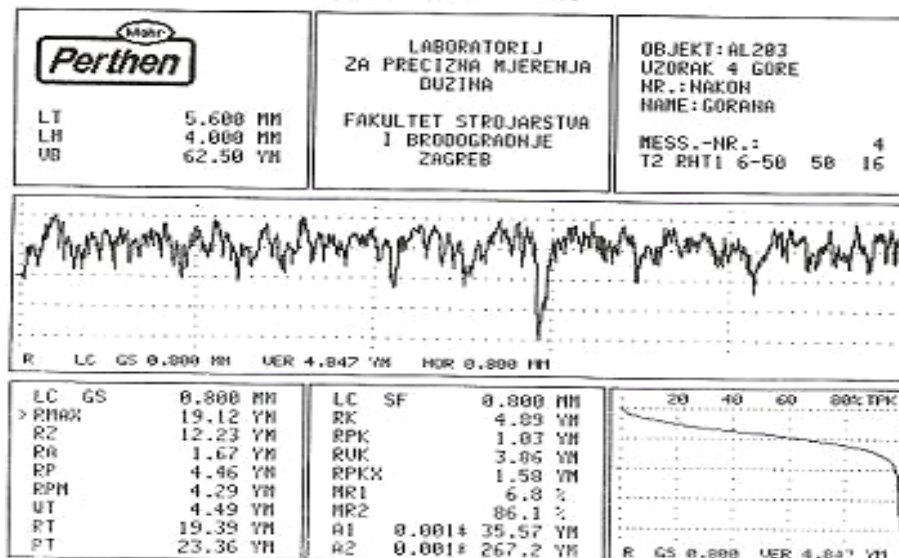
perthometer S8P 4.5



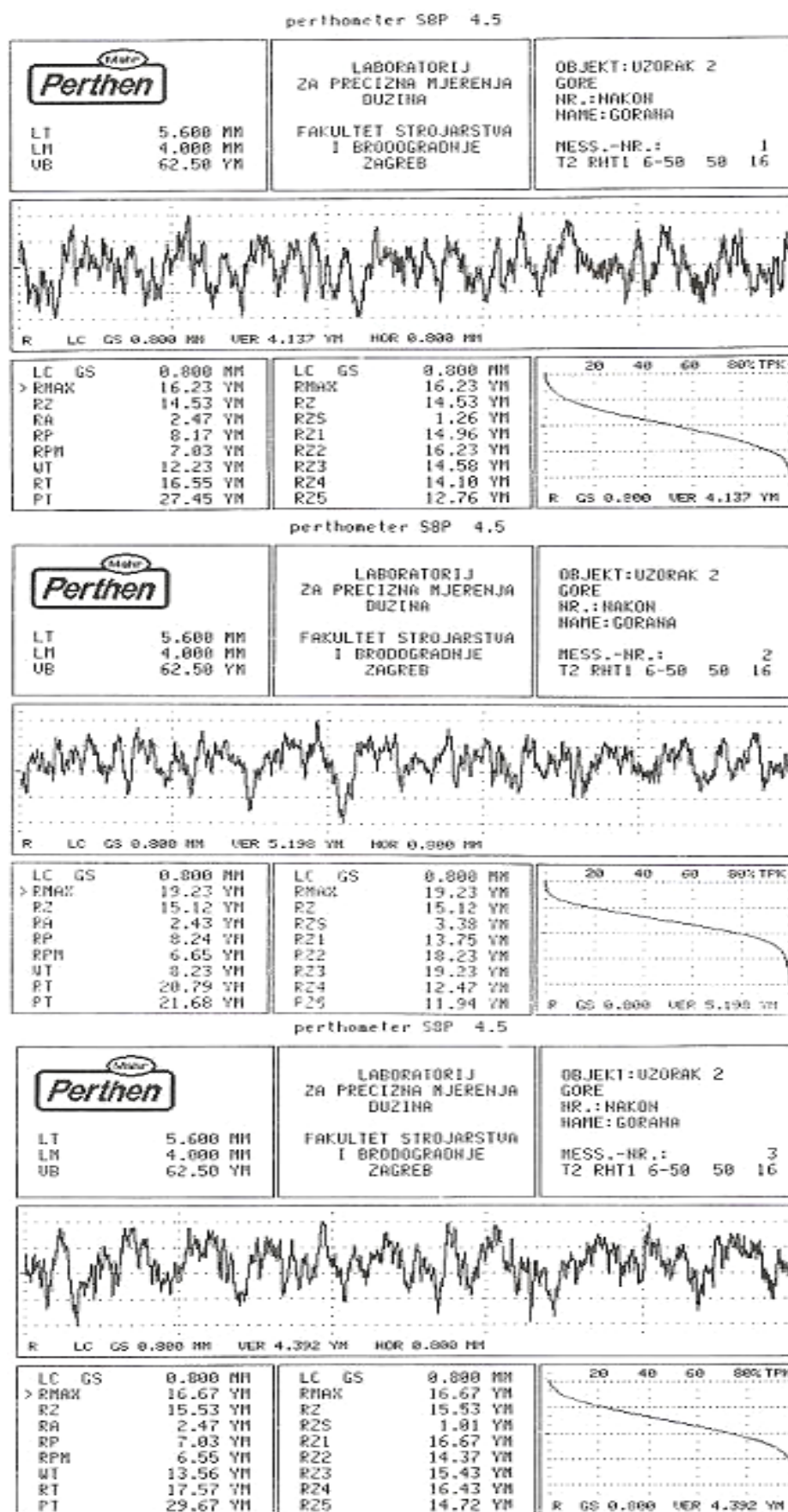
perthometer S8P 4.5



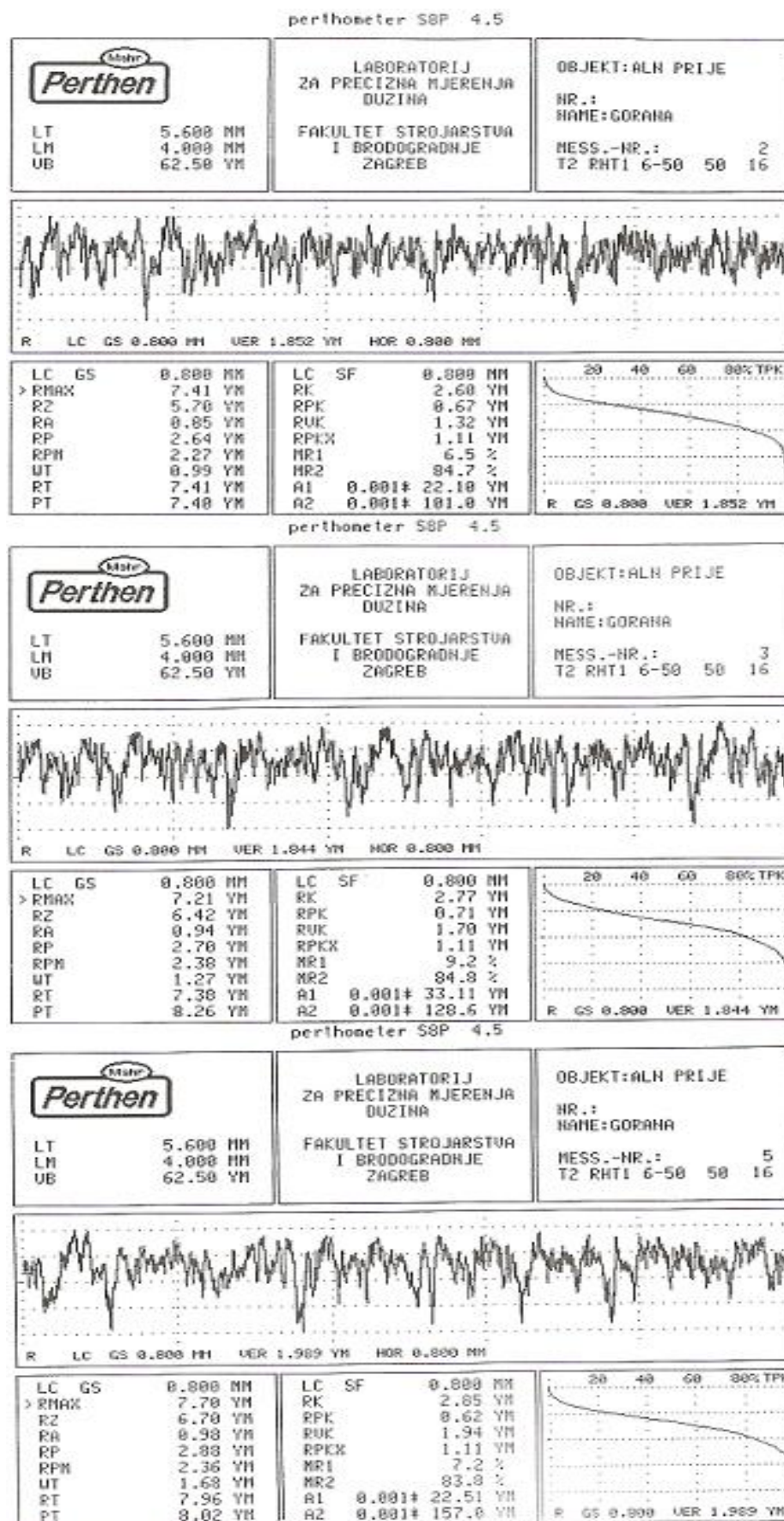
perthometer S8P 4.5



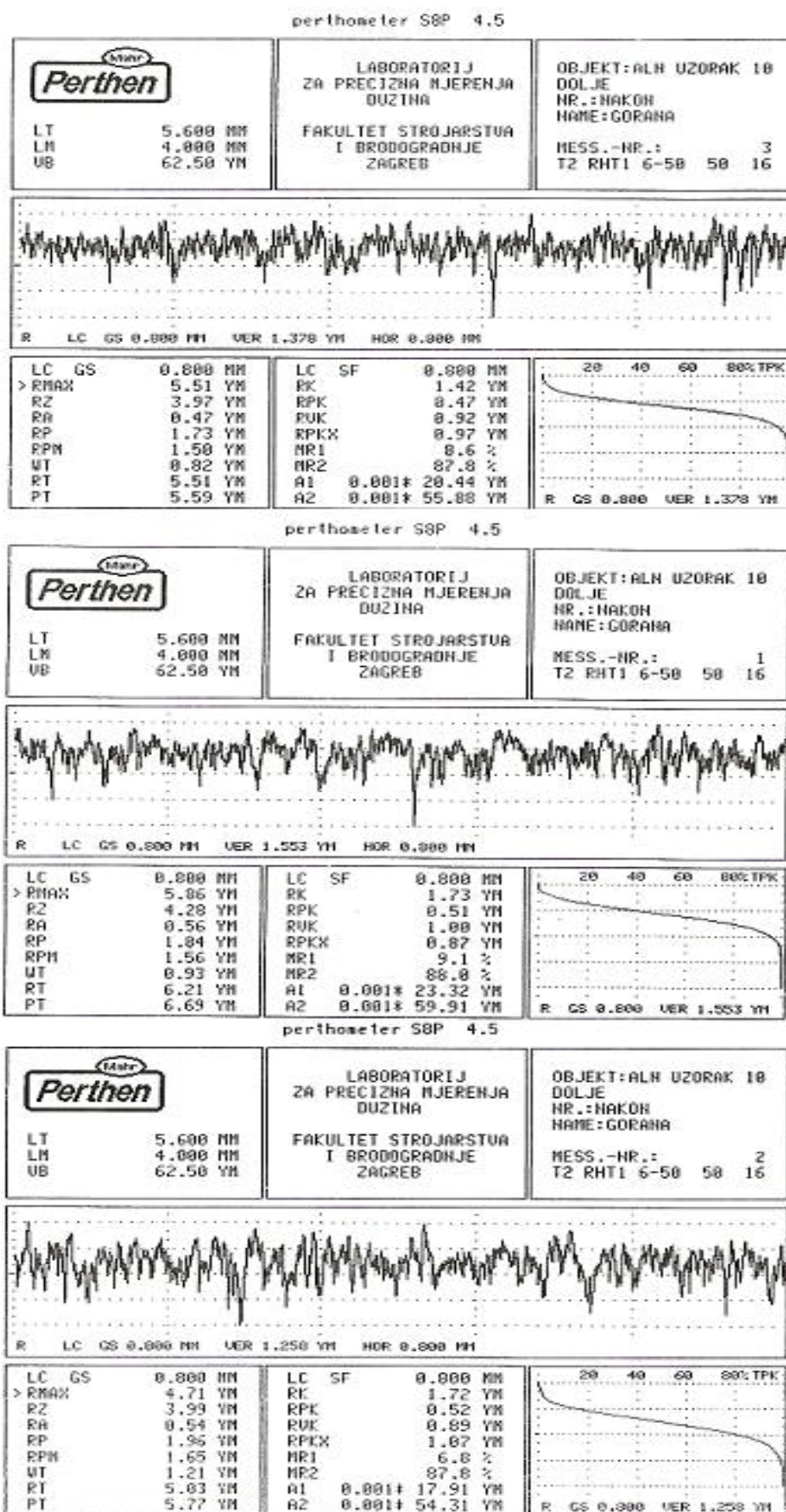
Slika 33. Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiC pri 30°



Slika 34. Hrapavost: aluminij oksidna keramika erodirana sa SiC pri 90°

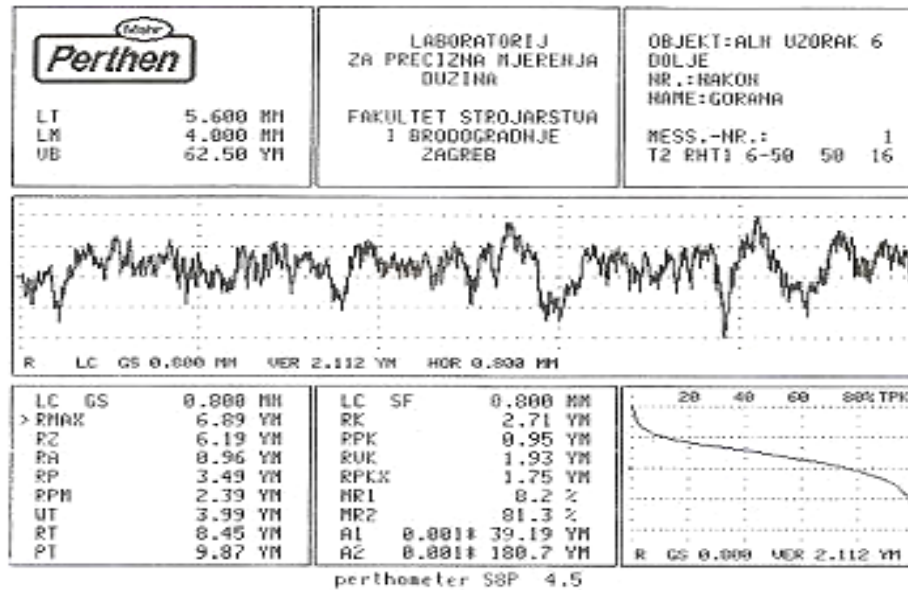


Slika 35. Hrapavost: aluminij nitridna keramika prije erozije

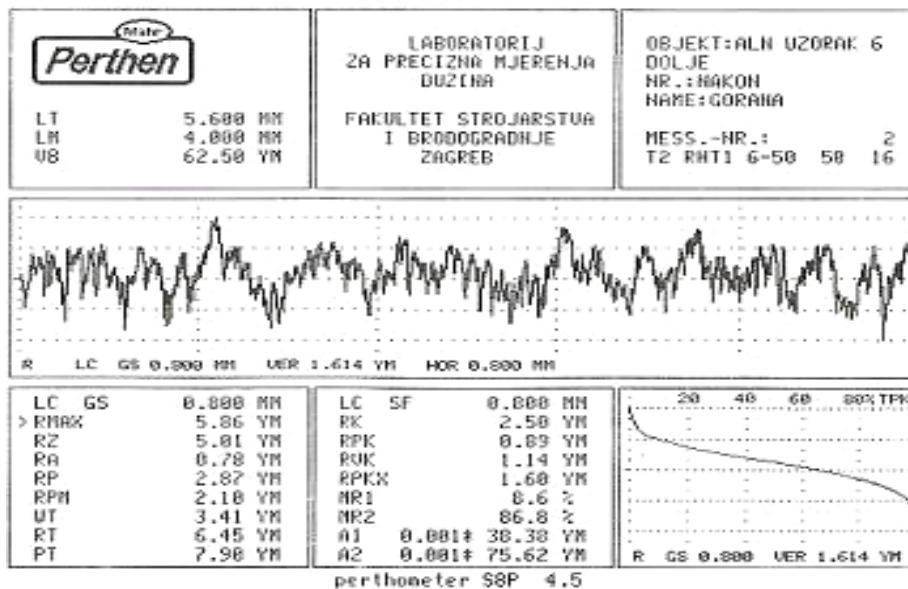


Slika 36. Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiO₂ pri 30°

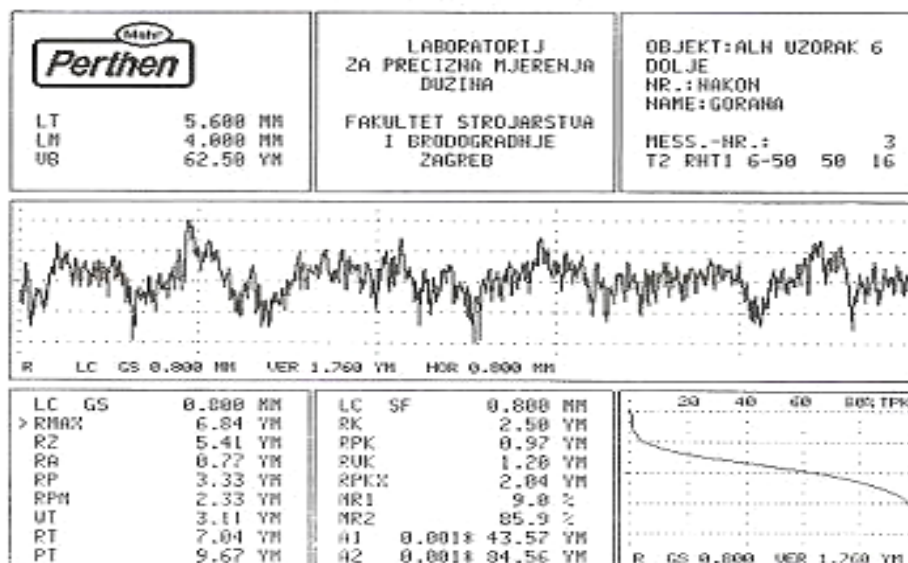
perthometer S8P 4.5



perthometer S8P 4.5

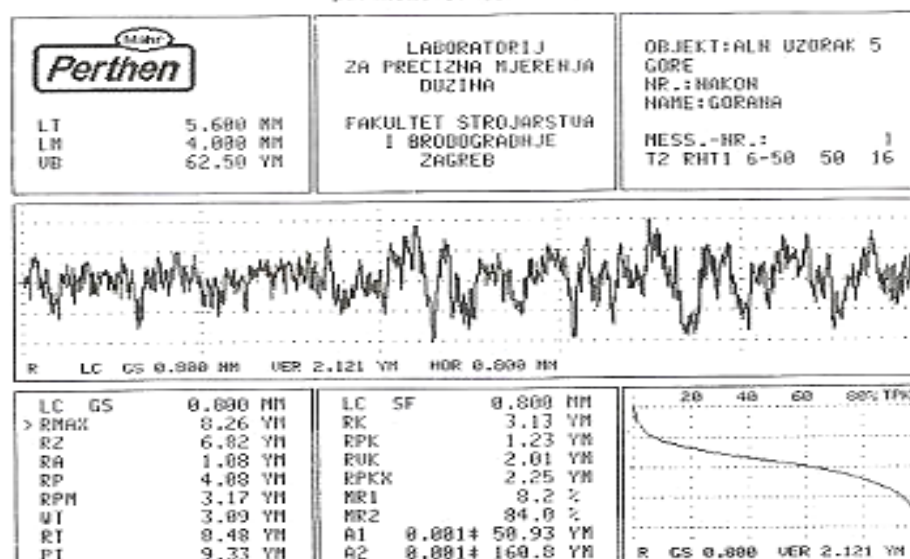


perthometer S8P 4.5

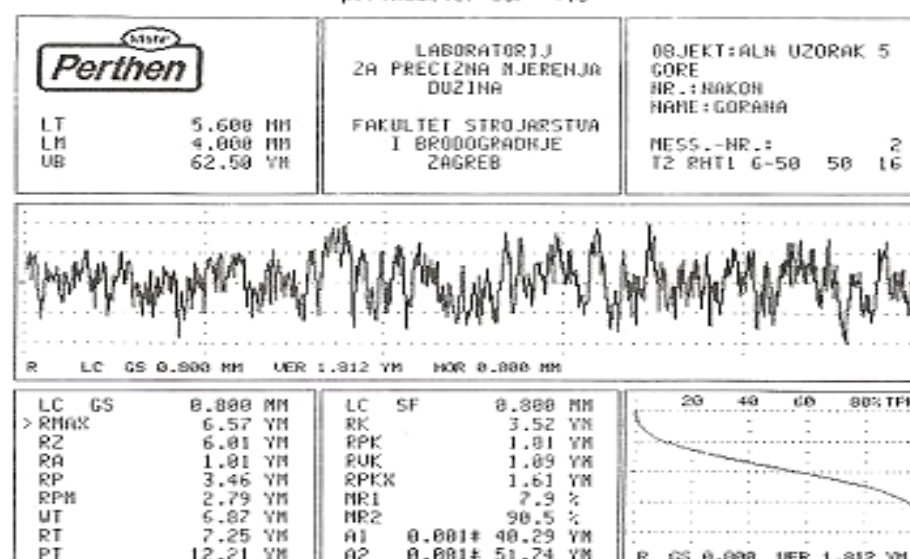


Slika 37. Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiO₂ pri 90°

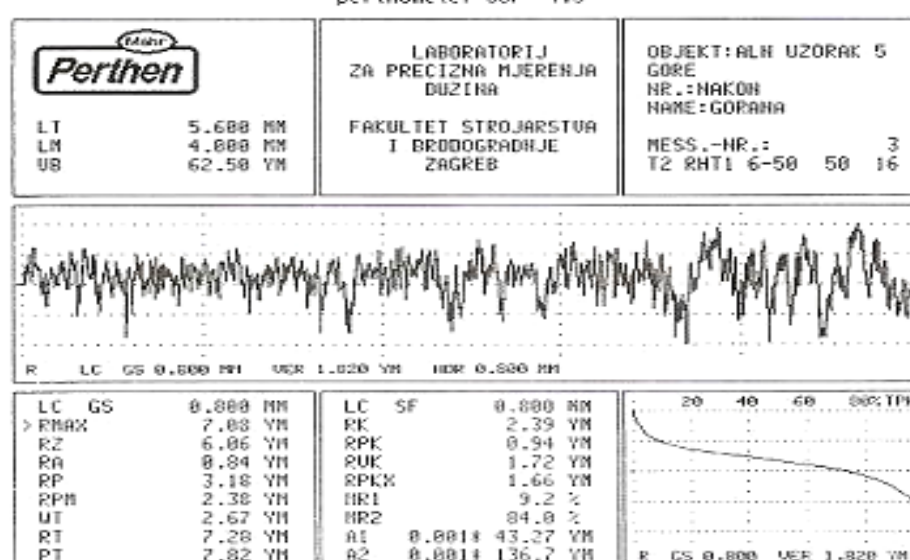
perthometer S8P 4.5



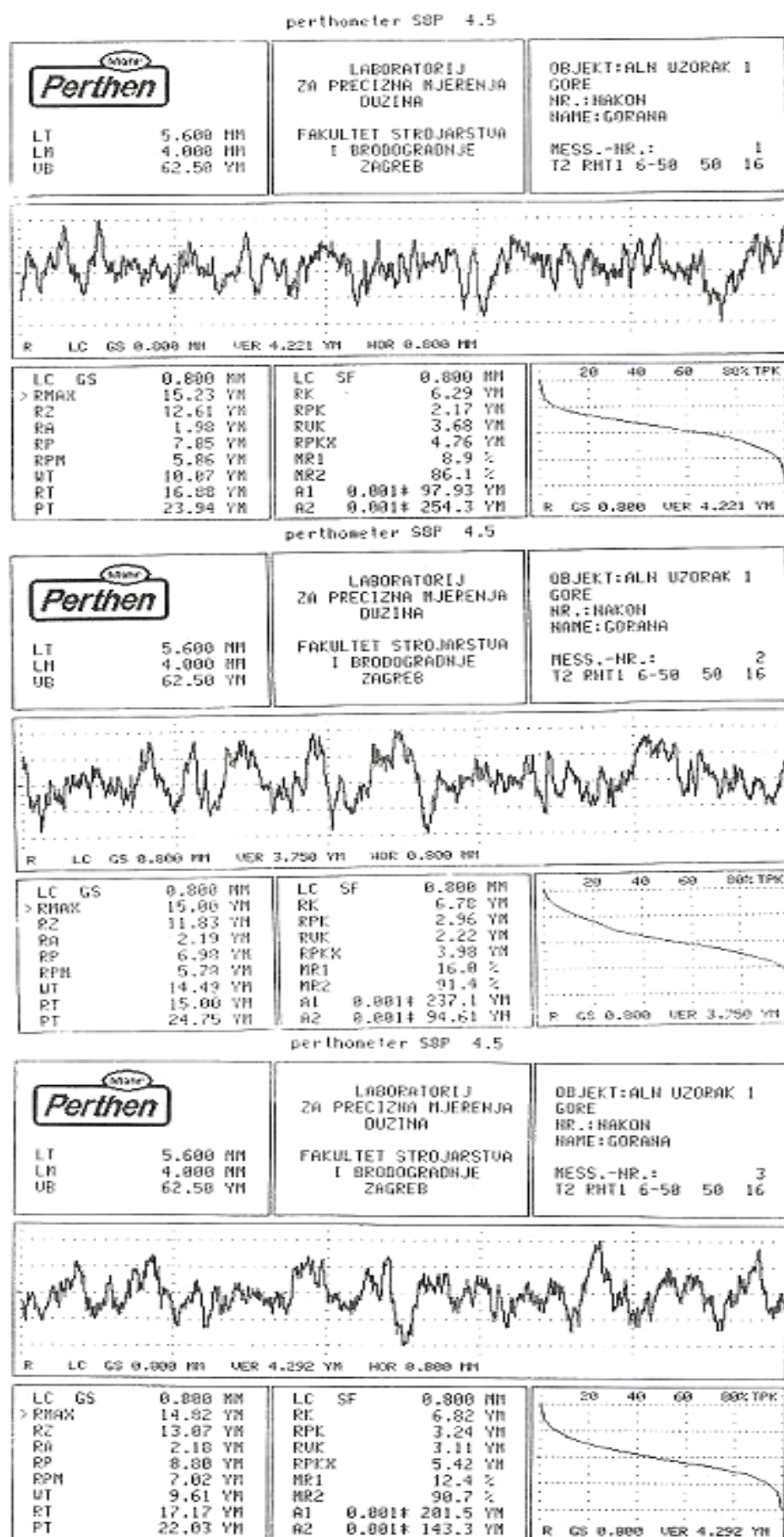
perthometer S8P 4.5



perthometer S8P 4.5



Slika 38. Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiC pri 30°



Slika 39. Hrapavost: aluminij nitridna keramika erodirana sa SiC pri 90°

Od svih dobivenih podataka, za karakterizaciju hrapavosti površine, najznačajnije su veličine R_{\max} , R_z i R_a . Prema standardu ISO 4287 iz 1997. godine, navedeni se parametri definiraju kao:

- R_{\max} je, jednostavno, vertikalna udaljenost između najvišeg vrha i najdubljeg dola profila, duž jedne dužine vrednovanja (referentne dužine),
- R_z je prosječna razlika u visini pet najviših vrhova i istog broja najnižih dolova profila duž iste duljine vrednovanja, [32]. Razlog uzimanja u obzir prosječnih vrijednosti visina leži u tendenciji da se utjecaj nereprezentativnih (nesrazmjernih) vrijednosti, koje bi mogle navesti na posve pogrešne zaključke, svede na minimum.
- R_a je apsolutna aritmetička sredina vrijednosti visina svih vrhova i dolova. Dobivanje ove vrijednosti može se predočiti rotiranjem svih dolova oko osi x na njezinu gornju stranu, nakon čega se od svih visina vrhova izračunava njihova srednja vrijednost, [31].

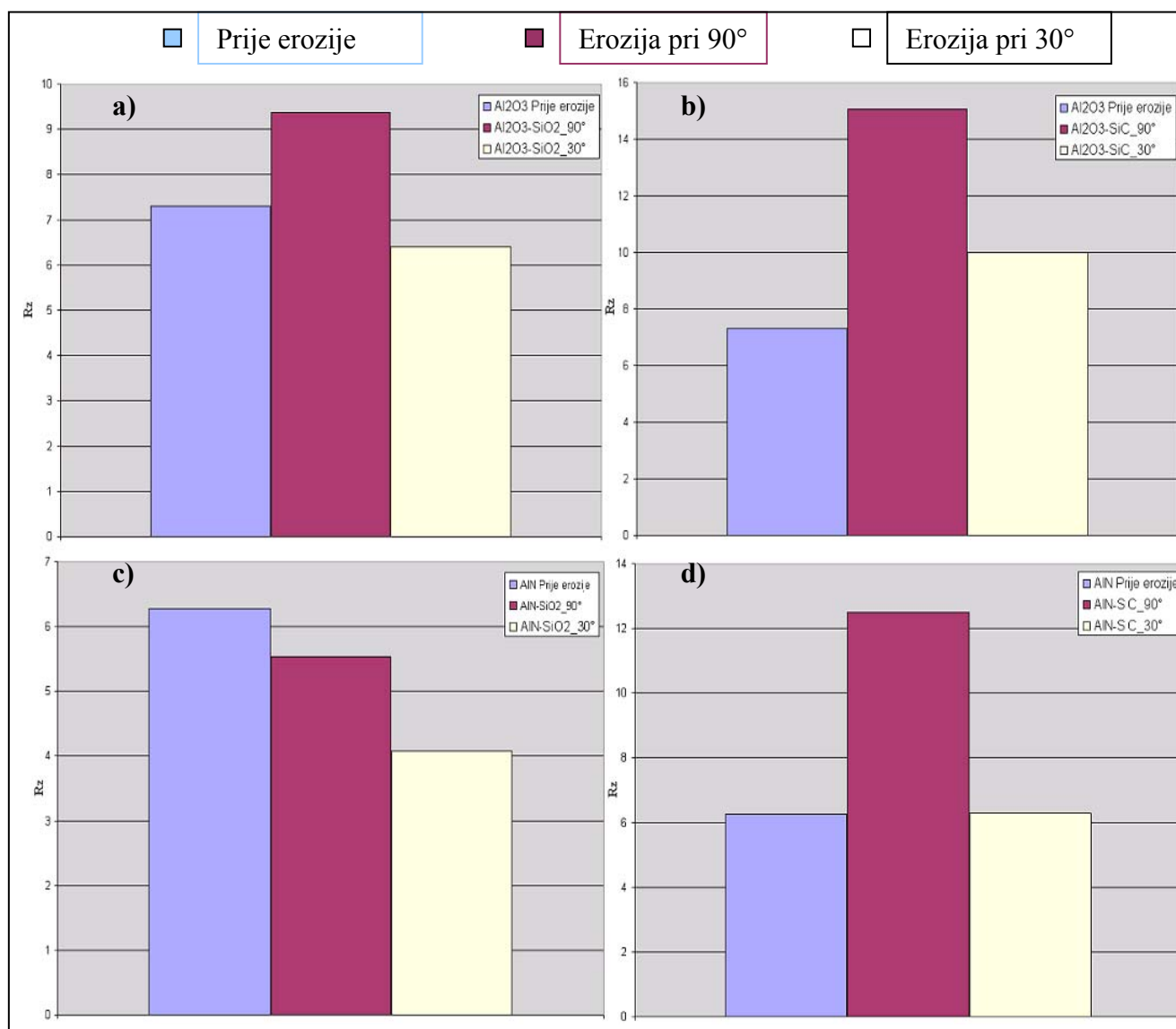
Tablica 9. Popis vrijednosti izvučenih s dijagrama na slikama 30 – 39.

	$R_{\max 1}$	$R_{\max 2}$	$R_{\max 3}$	$R_{\max sr}$	Rz_1	Rz_2	Rz_3	$Rz sr.$	Ra_1	Ra_2	Ra_3	$Ra sr.$
Prije erozije												
Al_2O_3	9,98	6,96	12,87	9,9367	8,29	5,62	7,99	7,3	1,07	0,79	1,01	0,9567
AlN	7,21	7,7	7,41	7,44	6,42	6,7	5,7	6,273	0,94	0,98	0,85	0,9233
Erozija Al_2O_3 s SiO_2												
Al_2O_3 (90°)	14,55	13,18	11,87	13,2	10,05	9,24	8,82	9,37	1,37	1,28	1,27	1,307
Al_2O_3 (30°)	6,69	7,4	8,63	7,573	6,15	5,95	7,09	6,397	0,88	0,77	1	0,883
Erozija Al_2O_3 s SiC												
Al_2O_3 (90°)	16,23	19,23	16,67	17,38	14,53	15,12	15,53	15,06	2,47	2,43	2,47	2,457
Al_2O_3 (30°)	9,98	9,76	19,12	9,87	9,1	8,69	12,23	10,01	1,51	1,4	1,67	1,527
Erozija AlN s SiO_2												
AlN (90°)	6,89	5,86	6,84	6,53	6,19	5,01	5,41	5,537	0,96	0,78	0,77	0,837
AlN (30°)	5,86	4,71	5,51	5,36	4,28	3,99	3,97	4,08	0,47	0,56	0,54	0,523
Erozija AlN s SiC												
AlN (90°)	15,23	15	14,82	15,02	12,61	11,83	13,07	12,5	1,98	2,19	2,18	2,117
AlN (30°)	8,26	6,57	7,08	7,303	6,82	6,01	6,06	6,297	1,08	1,01	0,84	0,977

(*sve vrijednosti u tablici 9 su izražene u mikrometrima)

U tablici 9, popisane su sve relevantne vrijednosti za sve slučajeve erozije obiju keramika, te su (u obojenim stupcima) izvedene i njihove srednje vrijednosti. Vrijednost R_{\max} u jednom od slučajeva (označeno sivom bojom polja) daleko nadmašuje ostale vrijednosti R_{\max} za isti slučaj, te je u izračunu srednje vrijednosti odbačena. Kako se, evidentno, radi o grešci u materijalu uzorka, vrijednost u sivom polju nije pokazivala stvarno stanje površine, uzrokovano djelovanjem erodenta.

Nadalje, uočljivo je i kako se sve veličine (u svakom od slučajeva) mijenjaju međusobno srazmjerno, te nema potrebe analizirati svaku od veličina – dovoljno je sagledati jednu. Tom logikom, a slijedom evropske prakse, u nastavku su detaljnije prikazane promjene veličine R_z .



Slika 40. Prikaz dijagrama hrapavosti (parametra R_z , μm); **a)** Al_2O_3 erodiran sa SiO_2 , **b)** Al_2O_3 erodiran s SiC , **c)** AlN erodiran s SiO_2 i **d)** AlN erodiran s SiC

Na slici 40, vidljivo je kako slučajevi a), b) i d) imaju gotovo identičan trend promjene hrapavosti tijekom erozije česticama pri najvećem i najmanjem kutu ispitivanja. Slučaj koji evidentno odskake od tog trenda je slučaj c). U slučajevima a), b) i d) maksimalna hrapavost erodirane površine (maksimalna vrijednost R_z) povezana je s pojavom maksimalnog trošenja. U navedenim slučajevima, vrijednost R_z svoj maksimum bilježi u trenucima najintenzivnije udarne erozije, pri kutu upada čestica erodenata od 90° . Ta pojava je i očekivana, ako se poveže s mehanizmom trošenja u slučaju udarne erozije – izbijanjem zrna iz površine uzoraka keramike.

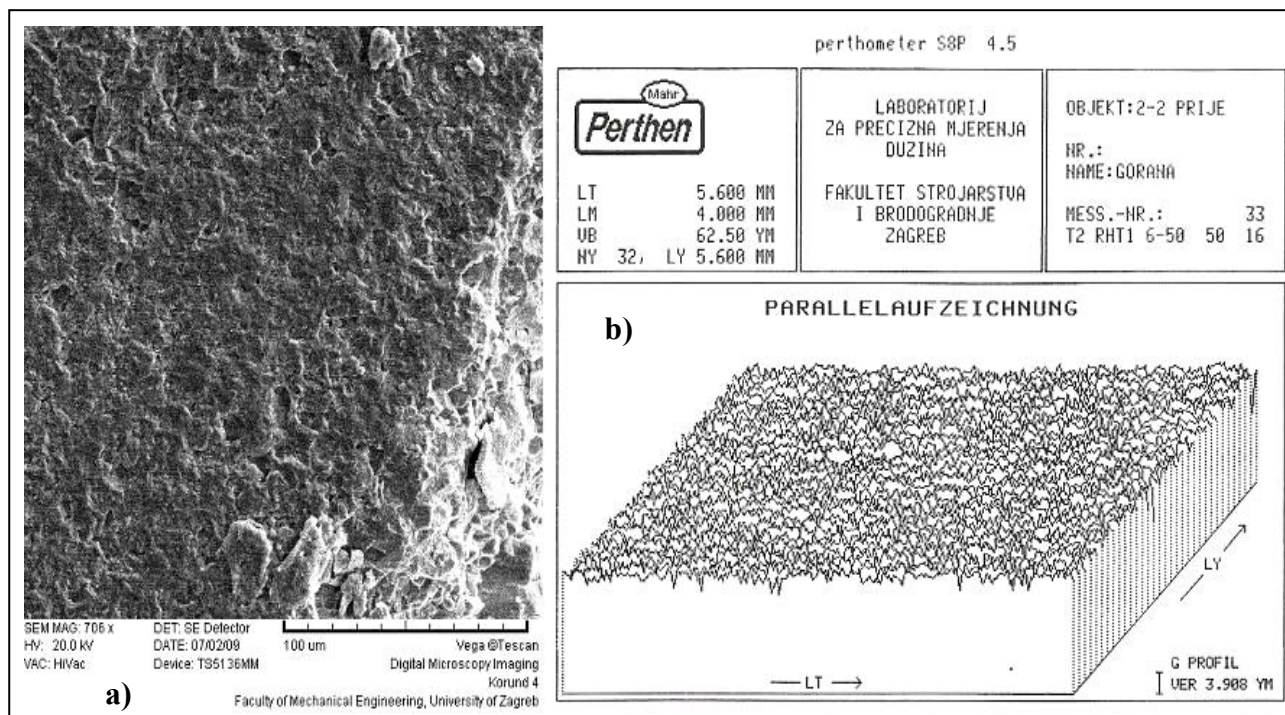
Za razliku od ostalih slučajeva na slici 40, u slučaju c), pri eroziji uzorka aluminij nitridne keramike silicij oksidnim pijeskom, pri kutu upada erodenta od 90° ne bilježi se maksimum vrijednosti R_z . Bez opširnijeg ispitivanja, moguće je samo nagađati o uzroku ove pojave. Udarci krupnijih, ali obliha čestica silicij oksidnog pijeska, sudeći prema podacima o maksimalnom gubitku mase u navedenom slučaju, izbijali su zrna iz površinskog sloja ove keramike. Ujedno, postoji indicija da je, zbog veće duktilnosti ove keramike, svakim sljedećim udarom nove čestice o površinu, uz izbijanje zrna došlo i do plastične deformacije i zaravnavanja područja oko izbijenog zrna. Uzrok tomu, vjerojatno, leži u kombinaciji povećane duktilnosti aluminij nitridne keramike i obliha čestica ovog erodenta. Veličina čestica erodenta vjerojatno nije odgovorna za ovu pojavu, jer u slučaju d), gdje su čestice i krupnije i tvrđe, trend promjene hrapavosti površine aluminij nitridne keramike gotovo je identičan onom u slučajevima a) i b).

Pri kutu upada od 30° , čestice erodenta lome vrhove i donekle ih zaglađuju, čime vrijednost R_z u svim slučajevima na slici 40 bilježi svoj minimum. U slučaju mekšeg erodenta (SiO_2) oblog zrna, ta vrijednost je redovito ispod vrijednosti R_z u ne erodiranom stanju (došlo je do svojevrsnog finog poliranje). U slučaju silicij karbidnog pijeska, vrijednost R_z pri kutu upada erodenta od 30° je jednaka, ili tek blago povišena u odnosu na ne erodirano stanje. Ova blaga razlika očito ne ovisi toliko o vrsti keramike, koliko o korištenom erodentu – njegovoj tvrdoći, obliku ili veličini njegovih čestica.

5.4.2. TOPOGRAFIJA

Kombinacija topografskih snimaka s uređaja MU2-127 (PRETHOMETER S8P) i pretražnog elektronskog mikroskopa, u nastavku, daje uvid u vjerojatne mehanizme trošenja na površini uzoraka i donekle predstavlja temelj za ranije iznesene pretpostavke.

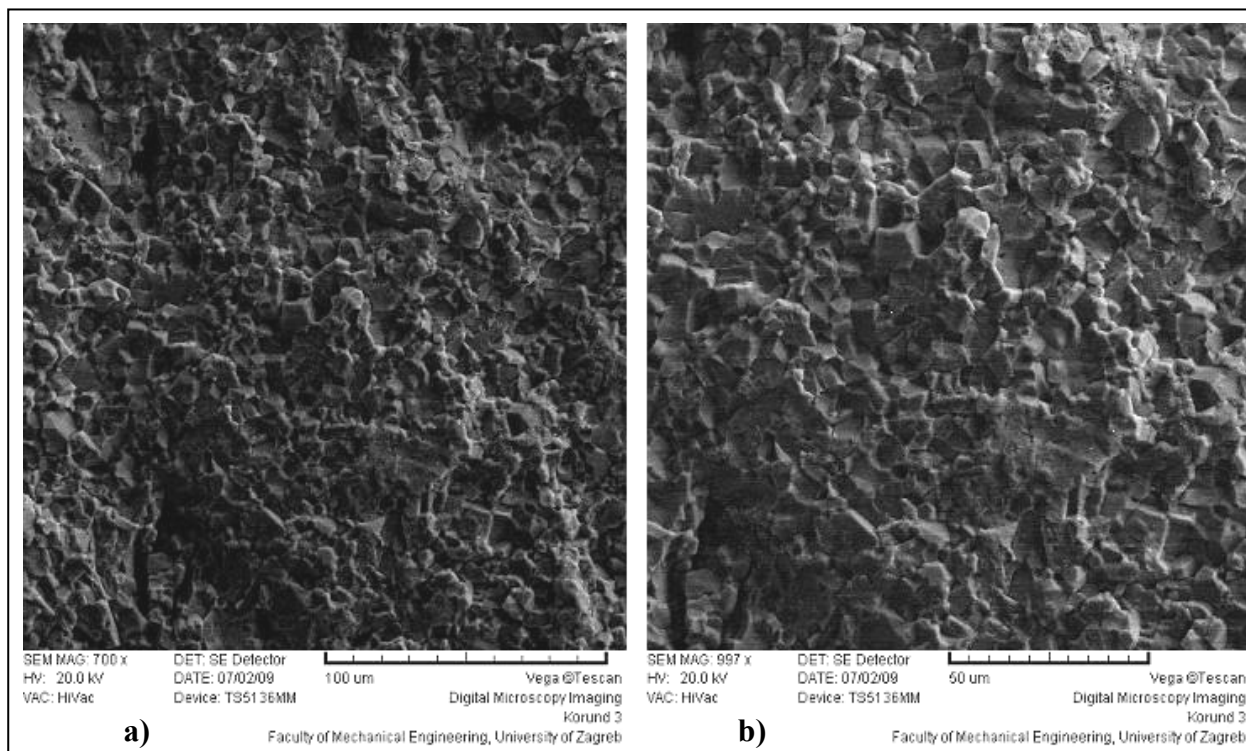
Topografija je snimana na uzorcima obiju vrsta keramike u stanju prije erozije, a zatim i za kutove upada erodenta od 90° i 30° - i to u kombinaciji sa svakim erodentom. Pretražnim elektronskim mikroskopom snimane su, također, površine obiju vrsta keramike prije erozije, a pri kutovima upada erodenta od 90° i 30° snimani su samo uzorci erodirani silicij karbidnim pijeskom. Odluka o snimanju površina erodiranih isključivo silicij karbidnim pijeskom donesena je jer su površinske promjene nastale primjenom tog erodenta daleko izraženije nego u slučaju erozije silicij oksidnim (kvarcnim) pijeskom.



Slika 41. Površina aluminij oksidne keramike prije erozije, snimljena s:

a) pretražnim elektronskim mikroskopom i **b)** elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P)

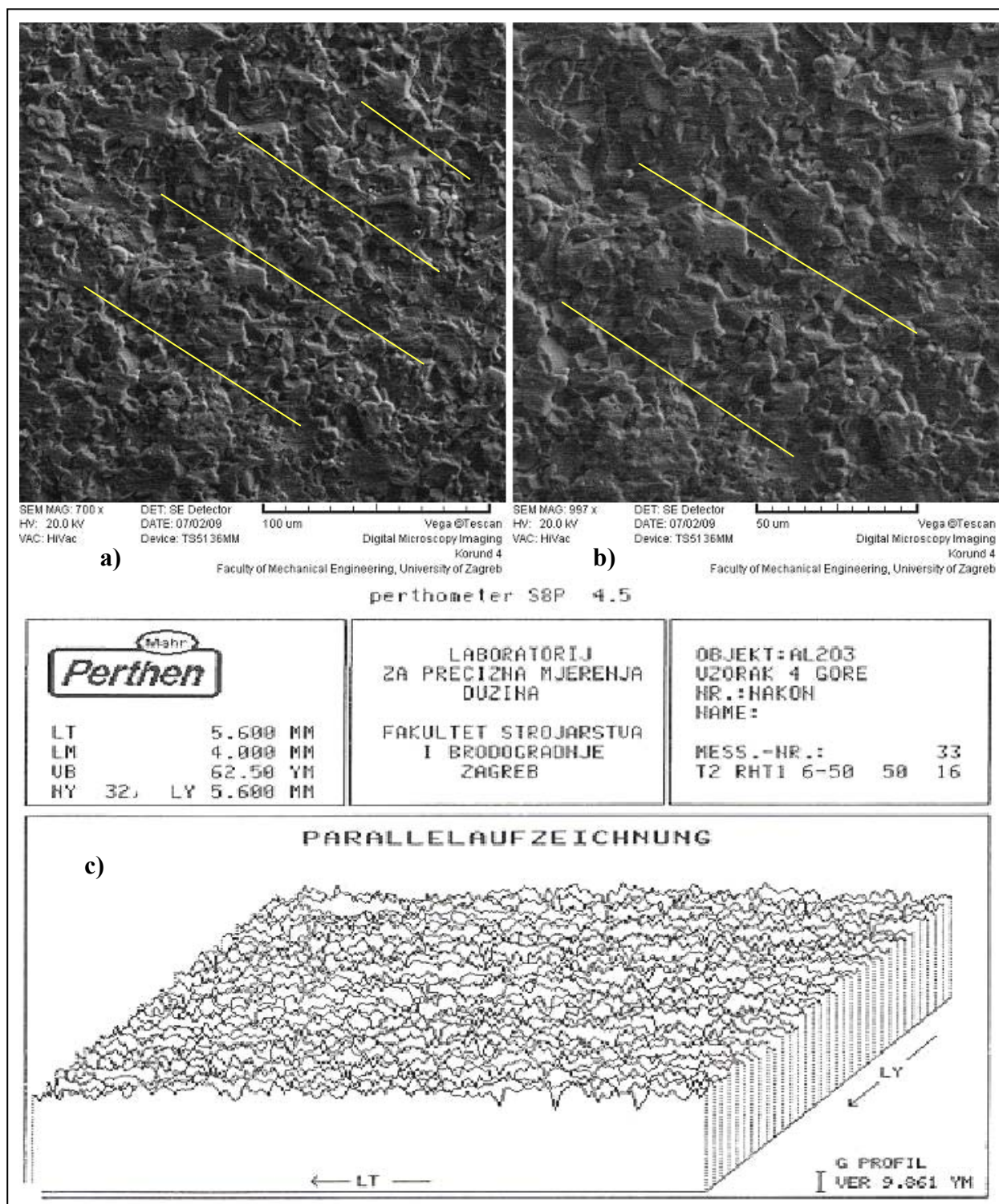
Slika 41 ukazuje na kompaktnu površinu uzorka, bez posebnih karakteristika ili vidljivih anomalija. Prikaz **a)** na desnoj strani slike otkriva tek brid nastao odlamanjem vrha uzorka.



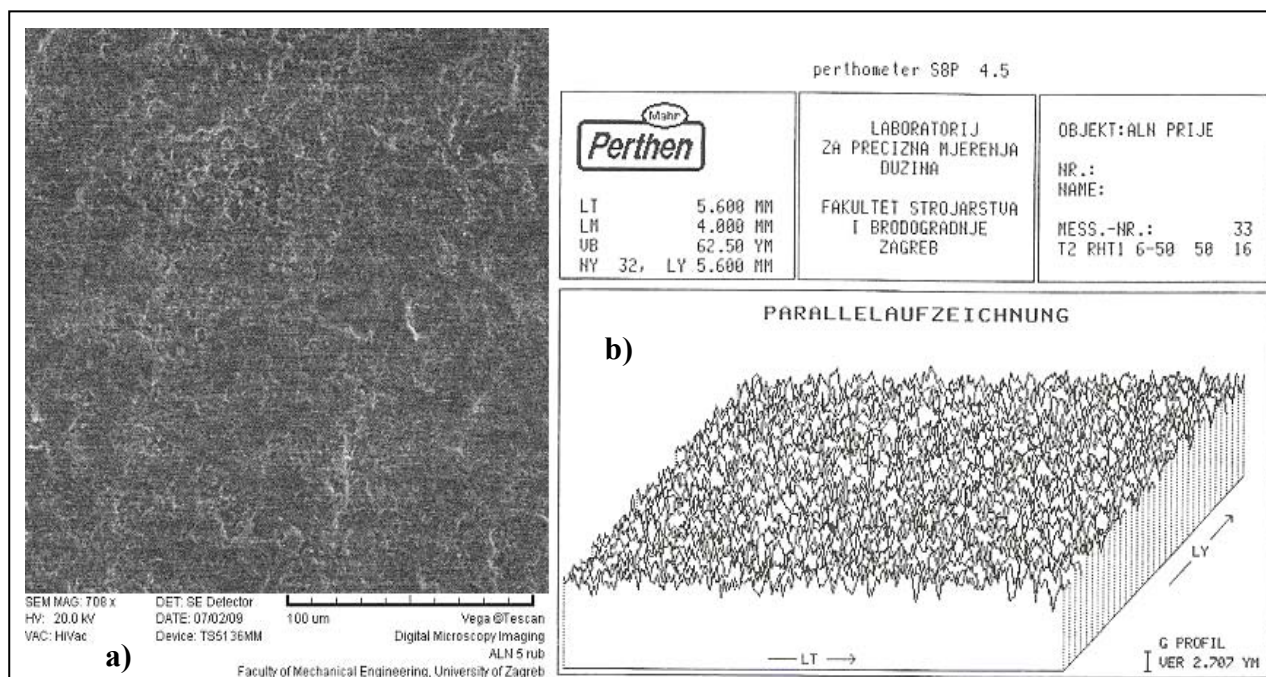
Slika 42. Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 90° , snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: **a)** oko 700 puta i **b)** oko 1000 puta

Kao posljedica udara čestica erodenta (silicij karbidnog pijeska), na slici 42 odlično se vide mjesta brojnih izbijenih zrna na površini aluminij oksidne keramike. Upotreba elektromehaničkog uređaja za snimanje topografije je u ovom slučaju podbacila jer su na površini detektirane prevelike udubine da bi ih ticalo moglo pratiti.

Na sljedećoj slici (slici 43), na snimkama s pretražnog elektronskog mikroskopa, žutim linijama naglašena je orijentacija brazda nastalih na površini aluminij oksidne keramike uslijed djelovanja čestica silicij karbidnog pijeska pri kutu upada od 30° - prikaz **a)** i **b)**. Snimka topografije površine istog uzorka elektromehaničkim uređajem nije otkrila brazde – prikaz **c)**. Upravo to ukazuje na potrebu kombiniranja različitih metoda snimanja površine.



Slika 43. Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 30° , snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: **a)** oko 700 puta i **b)** oko 1000 puta, te **c)** elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P)

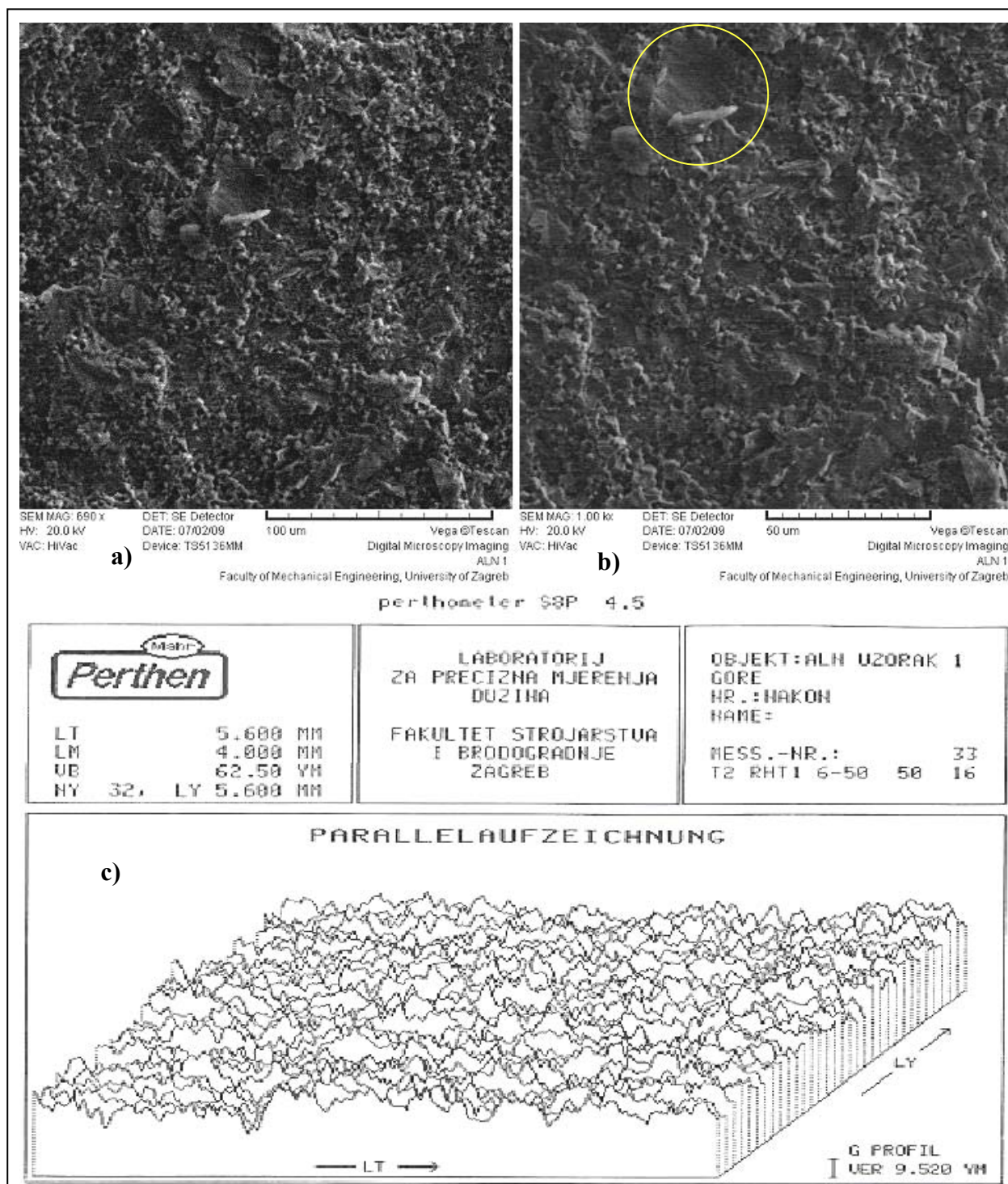


Slika 44. Površina aluminij nitridne keramike prije erozije, snimljena s:

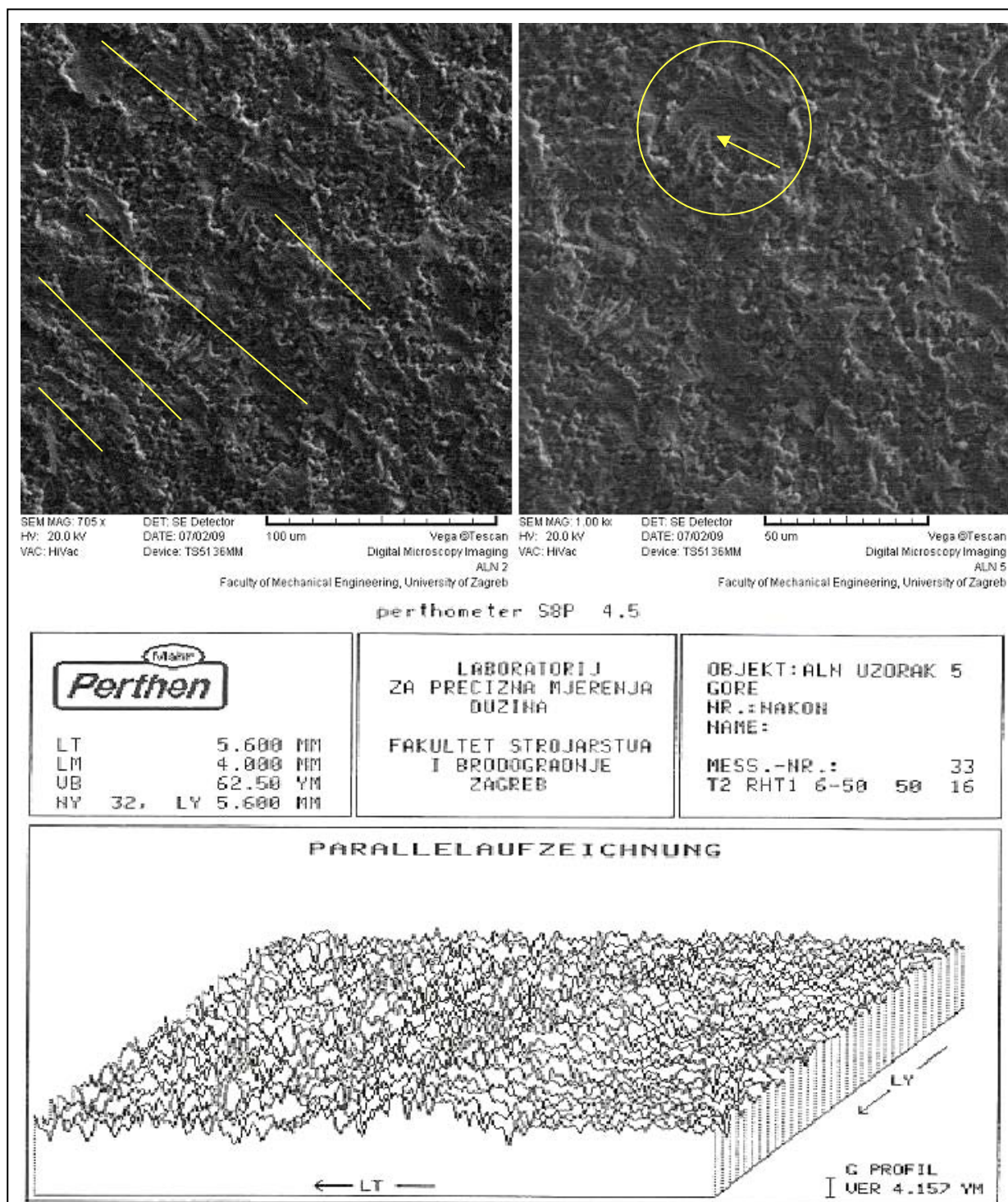
a) pretražnim elektronskim mikroskopom i **b)** elektromehaničkim uređajem MU2-127
(PRETHOMETER S8P)

Slika 44 ukazuje kako je, kao i u prethodnom slučaju, površina aluminij nitridne keramike prije erozije ujednačena i bez uočljivih odstupanja. Zbog značajno sitnijeg zrna, površina je kompaktnija od površine aluminij oksidne keramike (slika 41).

Na slici 45, nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada čestica od 90°, na površini aluminij nitridne keramike vidljive su slične promjene kao u slučaju sa slike 42. Uslijed udara čestica erodenta o površinu formirali su se krateri, s tom razlikom da se na slici 45 ne može reći kako su izbijana pojedinačna zrna. Zrna aluminij nitridne keramike su vrlo sitna, te je za pretpostaviti da su jednim udarom (krupne) čestice erodenta izbijane cijele grupe zrna u zoni udara. Jednako tako, žutim krugom na prikazu **b)** na slici 45, označena je moguća indikacija plastične deformacije nastala uslijed udara i izbijanja zrna s površine; iznad površine strši srh, a u udubini se naziru linije karakteristične za pojavu nabiranja materijala uslijed deformacije.



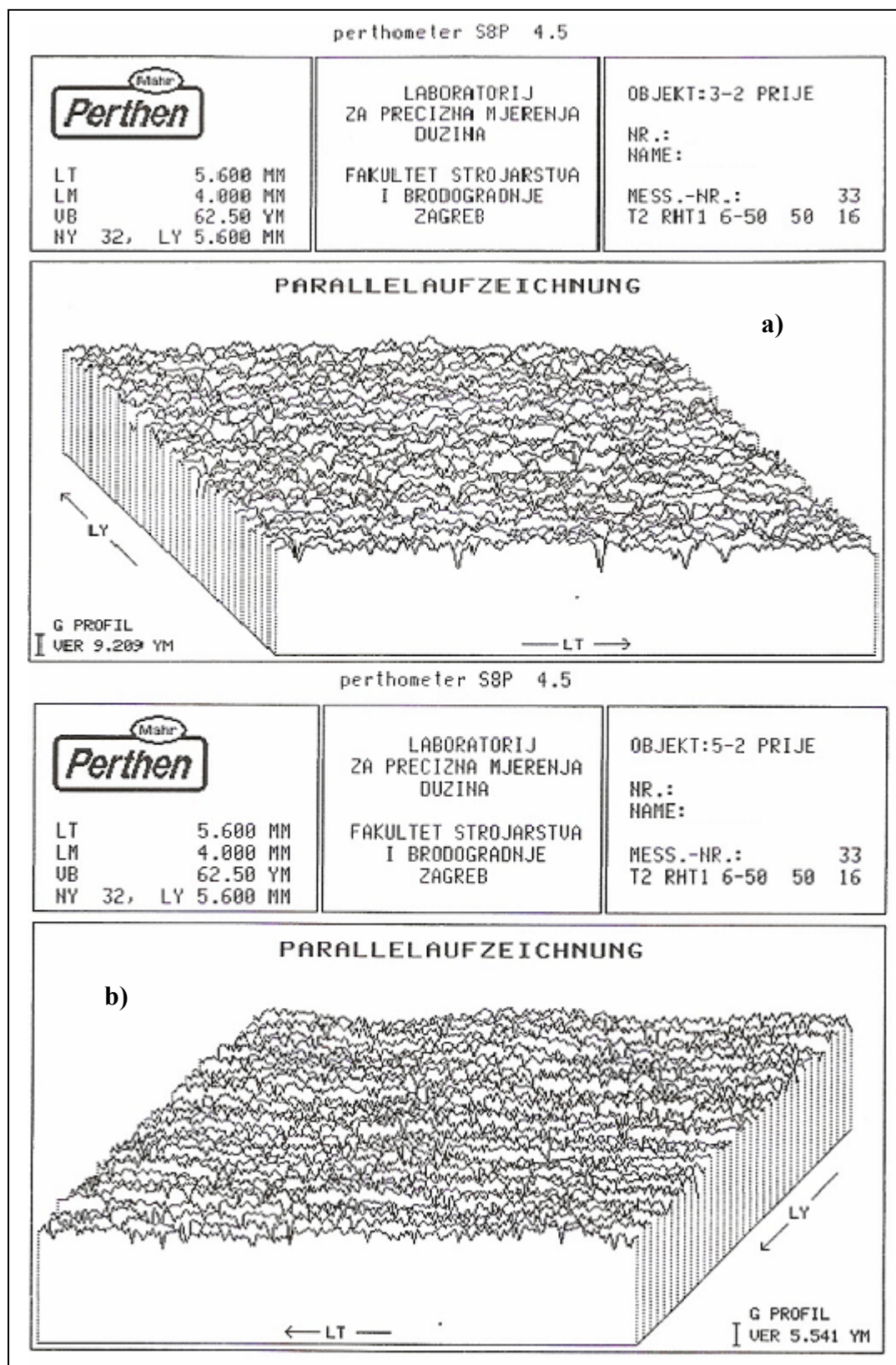
Slika 45. Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 90° , snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: **a)** oko 700 puta i **b)** oko 1000 puta, te **c)** elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P)



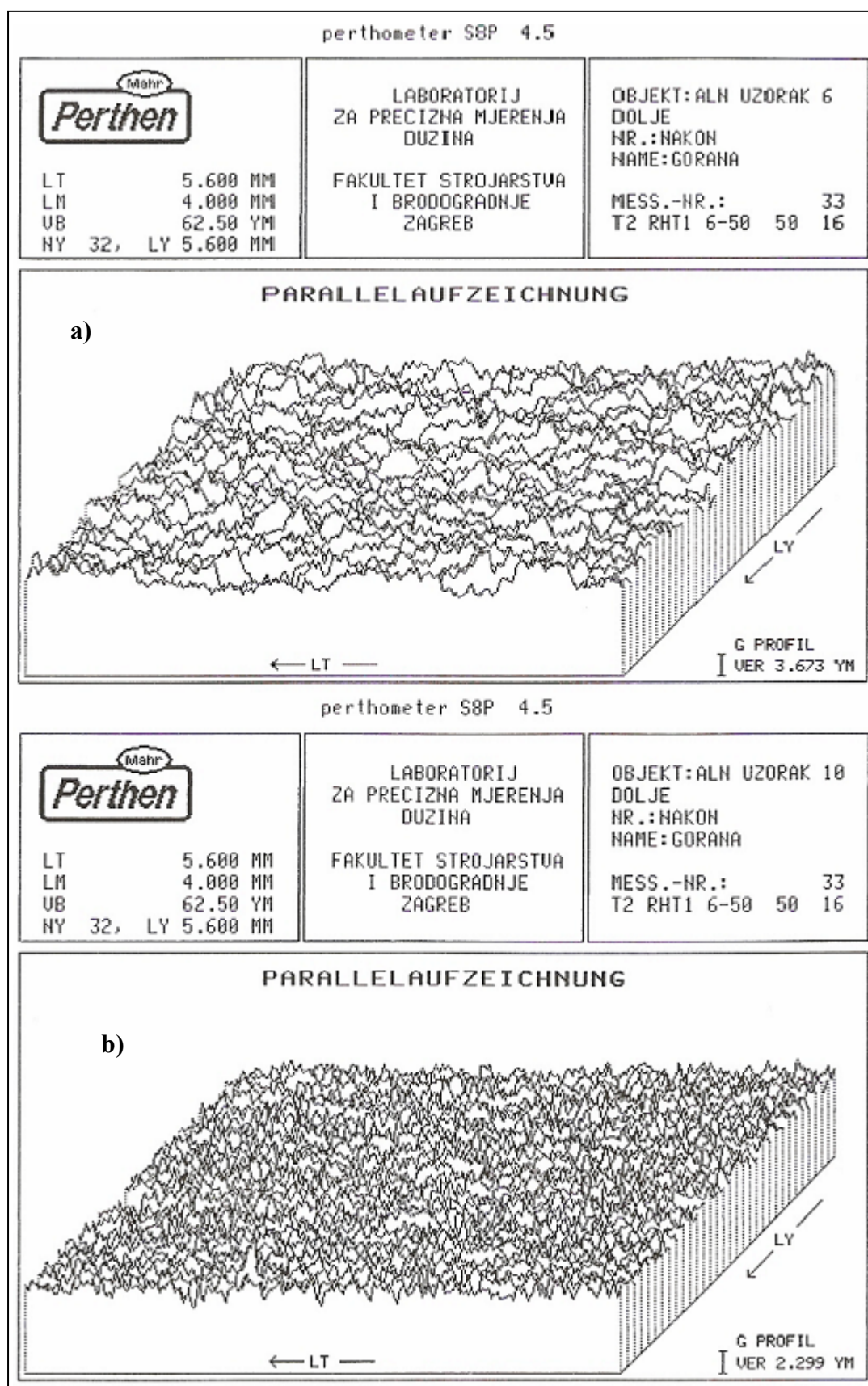
Slika 46. Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij karbidnim pijeskom pri kutu upada od 30°, snimljena pretražnim elektronskim mikroskopom pri uvećanjima od: **a)** oko 700 puta i **b)** oko 1000 puta, te **c)** elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P)

Slika 46, ukazuje na promjene koje su nastale na površini aluminij nitridne keramike pri kutu udara čestica silicij karbidnog pijeska od 30°. Baš kao i u slučaju aluminij oksidne keramike, na površini se mogu uočiti brazde, čija je orijentacija i ovdje naglašena žutim linijama - prikaz **a**). Nadalje, na zidovima brazdi, a posebice na mjestima gdje brazde završavaju, naziru se tragovi plastične deformacije i odrezivanja srha – što je karakteristično (ali daleko izraženije) u slučaju abrazivne erozije duktilnijih materijala. Opisana karakteristika je zaokružena na prikazu **b**). Tu se vjerojatno radi o samom kraju putanje čestice erodenta po površini pri čemu se materijal nabirao u vidu krijeste vala iznad rubova brazde, a na kraju je jedan dio nakupljenog materijala bio odrezan.

U slučaju erozije uzoraka obiju vrsta keramike kvarcnim pijeskom, stanje erodiranih površina snimljeno je samo elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P), jer je uočeno kako su promjene ovisno o kutu upada čestica erodenta jednakog karaktera kao u prethodnim slučajevima.



Slika 47. Površina aluminij oksidne keramike nakon erozije silicij oksidnim (kvarcnim) pijeskom, snimljena elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P); **a)** kut upada čestica od 90° i **b)** kut upada čestica od 30°



Slika 48. Površina aluminij nitridne keramike nakon erozije silicij oksidnim (kvarcnim) pijeskom, snimljena elektromehaničkim uređajem MU2-127 (PRETHOMETER S8P); **a)** kut upada čestica od 90° i **b)** kut upada čestica od 30°

Slike 47 i 48 pokazuju kako je u slučaju uzoraka obiju vrsta keramike, pri kutu upada čestica kvarcnog pijeska od 90° došlo do očekivanog izbijanja zrna i otvaranja kratera na površini. Iako u slučaju aluminijske nitridne keramike oštećenja djeluju ozbiljnija nego u slučaju aluminijske oksidne keramike, to ipak nije tako. Hrapavost je pala, u odnosu na početno stanje, a i gubitak mase je manji od gubitka mase zabilježenog kod aluminijske oksidne keramike za taj isti kut upada čestica (90°). Ovaj sraz izgleda površine i mjerenih podataka, u slučaju aluminijske nitridne keramike, može navesti samo na ideju o značajnijem utjecaju plastične deformacije na površini uslijed udara čestica erodenta.

S druge strane pak, pri kutu upada čestica kvarcnog pijeska od 30° , usporedba prikaza **b)** na slikama 47 i 48, kod manje duktilne keramike (aluminijske oksidne keramike) izraženije su nastale brazde. U tom slučaju plastične deformacije gotovo da i nema, pa čestice erodenta grebu po površini. Kod duktilnije, aluminijske nitridne keramike, zbog ograničenog nabiranja materijala, te su brazde daleko kraće i slabije uočljive.

6. ZAKLJUČAK

Rezultati ispitivanja erozijske otpornosti aluminijske oksidne i aluminijske nitridne keramike potvrdili su pretpostavke razrađene u opisu mehanizama erozijskog trošenja. Kod obiju vrsta keramike, načelno svrstanih u krhke materijale, u slučaju erozije krutim česticama, presudna je pojava pukotina koje nastaju i šire se značajnije uslijed većih kutova upada čestica erodenta (što se s promjenom vrste i morfologije samoga erodenta ne mijenja).

Mehanizmi erozijskog trošenja grubo se mogu podijeliti na abrazivnu eroziju, koja se javlja pri manjim kutovima upada čestica erodenta, te udarnu eroziju, karakterističnu za veće kutove. U ovom je radu uočeno kako svaka od ispitivanih keramika ima svoj kut prijelaza abrazivne u udarnu eroziju - kut pri kojem je zabilježen najveći porast gubitka mase. Ujedno, i promjenom erodenta taj se kut mijenjao. Ova bi pojava mogla biti zanimljiva u vidu kriterija odabira materijala za neku određenu i poznatu sredinu, obzirom da je u slučaju abrazivne erozije gubitak mase gotovo zanemariv, te postaje značajan tek prijelazom u udarnu eroziju. Koji faktori točno utječu na promjenu kuta prijelaza abrazivne u udarnu eroziju, zbog premalog broja uzoraka, u ovom radu nije bilo moguće egzaktno definirati.

Nadalje, prateća ispitivanja u službi karakterizacije erodiranih površina, otkrila su velike razlike između dviju ispitivanih vrsta keramike. Iako keramičke materijale svrstavamo u krhke materijale, pojave na površini aluminijske nitridne keramike lako navode na ideju o pojavi izvjesne plastične deformacije. Ponovno, kako ispitivane keramike nisu imale jednake veličine zrna, teško je bez daljnjih ispitivanja tvrditi što je uzrok toj pojavi, te u kojoj mjeri oblik i veličina zrna erodenta utječu na tu pojavu.

Upravo postavljanjem nekih novih pitanja, ovaj rad predstavlja skroman korak bliže otkrivanju tajni erozijskog trošenja keramičkih materijala.

7. LITERATURA

- [1] T. Filetin, I. Kramer; Tehnička keramika – priručnik za primjenu; Fakultet strojarstva i brodogradnje; Zagreb; 2005.
- [2] L.Ćurković; Predavanja: Keramika, beton i drvo – I dio; Fakultet strojarstva i brodogradnje; Zagreb
- [3] M. W. Barsoum; Fundamentals of ceramics; CRC Press, 2003. god.
- [4] www.pse.pbf.hr/hrvatski/elementi/al/spojevi.html
- [5] Đurđica Španiček, Lidija Ćurković, MATERIJALI I – 1. DIO, Autorizirana predavanja školska godina 2005./2006.
- [6] <http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=3734>
- [7] www.azom.com/Details.asp?ArticleID=4463
- [8] Pierre Lefort, Michel Billy; Mechanism of AlN Formation through the Carbothermal Reduction of Al₂O₃ in a Flowing N₂ Atmosphere; Journal of the American Ceramic Society (vol. 76); 13 Apr 2005.
- [9] Wen-Hong Tseng, Chun-I Lin; Carbothermal reduction and nitridation of aluminium hydroxide; Journal of material science (31); 1996.
- [10] A.Franco Junior, D.J.Shanafield; Thermal conductivity of polycrystalline aluminium nitride (AlN) ceramics; Universidade Catolica de Goias; Brazil; 2004. god.
- [11] www.en.wikipedia.org/wiki/Aluminium_nitride
- [12] www.precision-ceramics.co.uk/aluminiumnitride.htm

- [13] www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/Semicond/AlN/thermal.html
- [14] J.H. Edgar; Research interest: Bulk Aluminum Nitride Crystal Growth
- [15] www.azom.com/Details.asp?ArticleID=1521
- [16] www.azom.com/Details.asp?ArticleID=1733
- [17] ASM Handbook; Friction, Lubrication and Wear Technology; The Materials Information Society
- [18] Y. Zhang, J.K. Song, B.R. Lawn; Deep-Penetrating Conical Cracks in Brittle Layers from Hydraulic Cyclic Contact, National Institute of Standards and Technology; Gaithersburg, Maryland 20899, USA; 2005.
- [19] Z.H. Xie, M. Hoffman, R. Singh, A. Bendavid, P.J. Martin and P. Munroe; Observations of Deformation Processes in Diamond-Like Carbon Films on Stainless Steel Substrate under Nanoindentation and Nanoscratch; University of New South Wales, School of Materials Science and Engineering, Sydney; 2006.
- [20] S. Srinivasan, R.O. Scattergood; On lateral cracks in glass; Journal of material science (broj 22); 1987.
- [21] R.E. Chinn; Ceramography; The American Ceramic Society; 2002.
- [22] H. Schumann; Metallographia; VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie; Leipzig; 1975.
- [23] www.azom.com/Details.asp?ArticleID=3382
- [24] L.Ćurković, V.Redek, A.Mulabdić; Tvrdća i lomna Źilavost aluminij oksidne keramike; Fakultet strojarstva i brodogradnje; Zagreb

- [25] J.W.McCauley; Structure and properties of aluminium nitride and ALON ceramics; Army research laboratory; Aberdeen Proving Ground; 2002.
- [26] www.upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/4/4e/Vickers-path-2.svg
- [27] V. Ivušić; Tribologija; Fakultet strojarstva i brodogradnje; Zagreb
- [28] www.rpi.edu/~schubert/Educational-resources/Materials-Hardness.pdf
- [29] www accuratus.com/silicar.html
- [30] I.Vorel; Određivanje brzine ionskog odnošenja nikal – fosfor prevlake; Fakultet strojarstva i brodogradnje; Zagreb; 2008.
- [31] S. Mahović; Teorija i tehnika mjerenja (predavanja); Fakultet strojarstva i brodogradnje
- [32] D.J.Whitehouse: Handbook of surface metrology; Institute of physics publishing; Bristol; 1994.